



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

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

**PROPIEDADES TÉRMICAS EN COMPOSITOS
DE CONCRETO**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

DOCTOR EN TECNOLOGIA

AVANZADA

PRESENTA:

M. en T. A. Jonathan Félix Guarachi Solano

DIRECTORES:

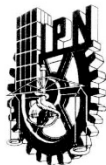
Dr. José Antonio Calderón Arenas

Dra. María de los Ángeles Mantilla Ramírez



CICATA

México, D.F. Julio del 2015



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D.F., siendo las 12:00 horas del día 24 del mes de julio del 2015 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-IPN para examinar la tesis titulada:
"Propiedades térmicas en compositos de concreto."

Presentada por el alumno:

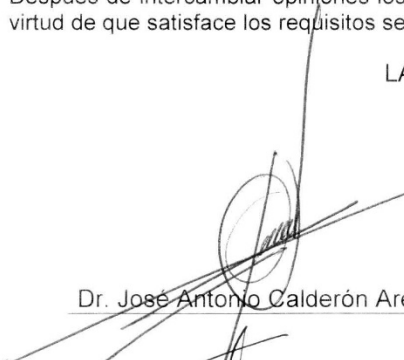
GUARACHI	SOLANO	JONATHAN FÉLIX							
Apellido paterno	Apellido materno	Nombre(s)							
		Con registro:	B	1	1	0	7	7	7


aspirante de: DOCTORADO 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.

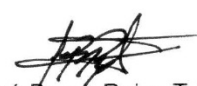
LA COMISIÓN REVISORA

Directores de tesis


Dr. José Antonio Calderón Arenas

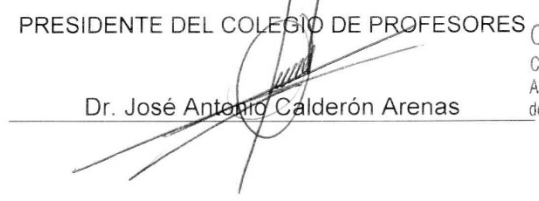

Dr. Ernesto Marín Moares


Dra. Maria de los Angeles Mantilla Ramirez


Dr. José Bruno Rojas Trigos


Dr. Alfredo Cruz Orea

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES


Dr. José Antonio Calderón Arenas



CICATA - I.P.N. U. LEGARIA
Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D.F. el día 27 del mes de julio del año 2015, el que suscribe Jonathan Félix Guarachi Solano alumno del Programa de Doctorado en Tecnología Avanzada, con número de registro B11077, adscrito al Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, Unidad Legaria, manifiesto que es el autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. José Antonio Calderón Arenas y la Dra. María de los Ángeles Mantilla Ramírez y cede los derechos del trabajo titulado "Propiedades Térmicas en Compositos de Concreto", 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 directores del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones jonathanguarachi@hotmail.com y jcalderona@ipn.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Jonathan Félix Guarachi Solano

CONTENIDO

	Página
Resumen	7
Abstract	8
Capítulo 1. Introducción	9
1.1 Antecedentes	10
1.2 Estado del Arte	29
1.3 Objetivo	33
Capítulo 2. Marco Teórico	34
a.- Analizador de propiedades térmicas KD2 PRO	34
b.- Analizador de constantes térmicas Hot Disk™ TPS2500	39
c.- Analizador de respuesta en frecuencia SOLARTRON	42
d.- Efecto Hall	53
Capítulo 3. Determinación de propiedades térmicas y eléctricas en MgO	55
a.- HW aplicado al MgO y comparación con los resultados del Sistema de Flujo de Calor Radial	55
b.- Impedancia eléctrica en MgO y estudios de composición	60
Capítulo 4. La técnica Hot Wire	71
a.- Extensión del modelo	71
b.- Técnica HW de tres puntas	77
Capítulo 5. Propiedades térmicas en concretos y compositos	80
a.- Propiedades térmicas en morteros en función del tiempo de fraguado	85
b.- Propiedades térmicas de compositos de concreto con poliestireno y arcillas	88
Capítulo 5. Conclusiones	102

AGRADECIMIENTOS

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

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.

A la Dra. María de los Ángeles Mantilla Ramírez, por su apoyo en este trabajo de tesis.

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 Bruno Rojas Trigos, 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 las beca BEIFI y a la COFAA-IPN por su apoyo para la asistencia a Congresos, al CONACyT por el apoyo económico otorgado por medio de la beca otorgada para mis estudios de doctorado en CICATA-IPN U. 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

Se reporta la determinación de las propiedades térmicas en polvos de MgO utilizando las técnicas Hot Wire y Hot Disk, así como de la impedancia eléctrica determinada mediante la aplicación de un sistema analizador de respuesta en frecuencia.

Además, se presenta un estudio de las bases físicas del principio de funcionamiento de la técnica Hot Wire, se desarrolla un modelo extendido para la determinación de la difusividad térmica en materiales, y se propone un sistema Hot Wire con una configuración de tres puntas, una fuente de calor y dos sensores, para la determinación directa de la difusividad térmica, independiente de otros parámetros físicos y geométricos.

Finalmente, mediante la aplicación de la técnica Hot Disk y Hot Wire se reporta la determinación de las propiedades térmicas en morteros en función del tiempo de fraguado, así como de compositos de concreto con agregados de esferas de poliestireno y arcillas.

ABSTRACT

We reported the determination of thermal properties of MgO powder by means of Hot Wire and Hot Disk techniques, as well as, the determination of electrical impedance of MgO powder by applying an analyzer system frequency response.

Also, is presented a study of the physical basis of the operating principle of the Hot Wire technique and an extended model for the determination of thermal diffusivity in materials. It is presented a hot wire technique with three needle, a heat source and two proposed sensors, for direct determination of the thermal diffusivity, that is not depending of other physical and geometrical parameters.

Finally, by applying the Hott Wire and Hot Disk techniques, we obtained the thermal properties in mortars depending on the setting time, as well as, in composites of concrete, with aggregates of spheres of polystyrene and clay.

CAPITULO I

INTRODUCCION

Cuando hablamos de técnicas de medición de propiedades térmicas, varias de ellas ya han sido reportadas para aplicaciones tanto en sólidos como en líquidos, pero es limitada la información con respecto a materiales granulares.

El estudio experimental de la conductividad térmica de los sólidos se inició en el siglo XVIII. Al parecer, Benjamin Franklin [1] en 1753 fue el primero en señalar la diferente capacidad de los materiales para "recibir y transmitir el calor a una distancia dada". Franklin observó que materiales de diferente naturaleza como el metal y la madera son buenos o pobres conductores de calor según su "grado de frialdad", percibido al tocarlos. En 1787 Fordyce [2] realizó, por vez primera, diversos experimentos sobre la "fuerza de conducción" del cartón y el 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 cual fue utilizado más tarde por Wiedemann y Franz 1853 [5] para determinar la conductividad térmica relativa de diversos metales que condujo 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]), así como del primer método absoluto reportado en 1861 por Angstrom [10], se han desarrollado a la fecha una variedad de diferentes métodos y sus variantes.

1.1. ANTECEDENTES

a. La técnica HW como sistema de medición de propiedades térmicas. Aplicaciones en MgO y concretos.

La técnica del Hilo caliente (Hot wire) es parte de un grupo de métodos que emplean un flujo transitorio de calor para determinar las propiedades térmicas en líquidos y sólidos. Este método se basa en la transferencia de calor proveniente de una fuente controlada de calor que se propaga en el material y la medición del cambio de temperatura provocado por la disipación del calor a través de la muestra para determinar las propiedades térmicas del material.

La literatura cita a Stålhane y Pyk [11] como los pioneros de la técnica del hilo caliente transiente. En 1931 ellos emplearon esta técnica para medir la conductividad térmica de sólidos y polvos (y algunos líquidos). En 1971 Haarman [12], utilizó un puente de Wheatstone automático en el equipo para medir la diferencia en la resistencia de dos alambres calientes.

Durante las últimas dos décadas la técnica del hilo caliente transitoria se ha aplicado con satisfacción a la medición de la conductividad térmica de gases [13] y líquidos [14] en una amplia gama de temperaturas y presiones, excluyendo la región crítica. De hecho, la técnica está reconocida hoy día como una técnica absoluta capaz de medir la conductividad térmica de fluidos con incertidumbres de aproximadamente $\pm 0,5\%$ [15], sin embargo, la aplicación de la técnica a la medición de la conductividad térmica de sólidos no ha sido tan satisfactoria.

En la literatura se pueden encontrar cuatro principales variaciones de la técnica:

a) La variación más antigua es la empleada por Haupin [16] en 1960, en la cual la unión de un termopar se coloca en medio de la muestra y se calienta con una corriente alterna. Al mismo tiempo se utiliza un filtro para eliminar la corriente AC del calentamiento, permitiendo la medición de la fem del termopar.

b) El segundo método fue desarrollado por Mittenbübler [17] y formó la base de los métodos para una norma alemana [18] y una norma europea [19] en uso aún hoy día. El método emplea un alambre de calentamiento con un termopar soldado a un metal en forma de cruz. Puede ser empleada una fuente de alimentación AC o DC, y se utiliza el aumento de la temperatura generada por una fuente de calentamiento conocida para determinar la conductividad térmica.

c) El método paralelo, también se adoptó como norma europea [20] en 1998, en ella se coloca un termopar a cierta distancia del alambre de calentamiento (generalmente alrededor de 1 mm de distancia). Por tanto, la teoría del método es ligeramente diferente pero el principio sigue siendo el mismo. Una variación de este método es el método de sonda con el cual el alambre y el termopar se colocan en un tubo de cerámica [21] y el propio tubo de cerámica se ubica en el interior del material sólido.

d) Todos los métodos mencionados anteriormente emplean un termopar para la medición de la temperatura y por lo tanto sólo medir en un punto. Para obtener una mejor medición promedio de la temperatura, la resistencia del alambre de calentamiento puede ser graduada durante la medición [22]. Por lo tanto, el alambre actúa tanto como la fuente de calentamiento, así como termómetro, lo cual se consigue mediante un puente a base de resistencias.

Los métodos anteriores reportan una incertidumbre de entre 5 - 10 %.

Uno de los principales problemas que surgen en la aplicación de la técnica a los sólidos es la inevitable resistencia de contacto entre las muestras o entre la muestra y el alambre.

Hoy en día, hay tres métodos de ensayo transitorios de hilo caliente estándar para la medición de la conductividad térmica de sólidos:

-
- El método de ensayo Americano Hot-wire transiente ASTM C1113-99 1999 [27],
 - El método de ensayo europeo Hot-wire transiente Cross-Array EN 993-14 1998 [28],y
 - El método de ensayo Europea de hilo caliente paralela 1998 ES 993-15 [29].

En el caso del modo resistivo del método de hilo caliente transitoria [27], un alambre de platino puro se coloca entre dos especímenes sólidos del material y una constante corriente eléctrica se aplica a la misma. El cable actúa como una fuente de calor y como un receptor de la señal de calor. Sin embargo, el hilo de calentamiento es generalmente de 0,35 mm a 0,50 mm de diámetro, con una longitud de unos 20 cm, resultando en una resistencia de aproximadamente 0.1 a 0.2 ohms, que a su vez requiere potencia de funcionamiento alta. La alta potencia y la baja resistencia puede fácilmente producir grandes incertidumbres. Por otra parte, el uso de un solo alambre en lugar de dos mejora los errores asociados con los efectos de los extremos del alambre. Otro punto que debe añadirse es que, en esta forma resistiva del método de hilo caliente transitoria, se utiliza solo un segmento de la curva de temperatura en función del tiempo en vez de toda la curva con el fin de obtener la conductividad térmica. Por lo tanto, la elección de este "segmento" afecta a la incertidumbre del método, que también se ve afectada por la aparición de la resistencia de contacto cuando el alambre está embebido en el sólido.

En otro caso, el método del hilo caliente transitoria paralelo o el modo de cross-array en el instrumento, en lugar del alambre actuando tanto como sensor y un termómetro, un termopar se coloca por lo general 1,5 cm desde el alambre de platino de calentamiento para registrar la temperatura [28,29].

Por lo tanto, con el fin de superar las dificultades derivadas de la resistencia de contacto y los efectos de los extremos del alambre, la configuración experimental con dos alambres de tantalio fue ajustado para la medición de los sólidos y se funde. Dos diseños recientes se pueden ver en Fig. 1.

A fin de evitar espacios de aire, en el diseño (a) [30], los dos cables se colocan dentro de una capa de silicona suave que se aprieta entre los dos sólidos. De esta manera, el contacto es excelente. Al obtener el aumento de temperatura de la medición de la resistencia del alambre, en tiempos muy cortos las propiedades de la capa de silicona se obtienen primero, y luego en tiempos más largos de las propiedades del sólido. La incertidumbre absoluta es aproximadamente 1%, y la técnica sólo se ve obstaculizada en la temperatura por el derretimiento de la capa de silicona suave.

En el diseño (b) se basa en la misma idea, pero aquí el alambre se coloca entre capas de alúmina suave que en consecuencia son despedidos bajo presión para convertirse en sólido [31]. Este arreglo funcionó muy bien para mediciones de la conductividad térmica del fundido metales a altas temperaturas; Peralta-Martínez et al. [32] informó de tales mediciones para el mercurio fundido, galio, estaño y de indio hasta 750 K.

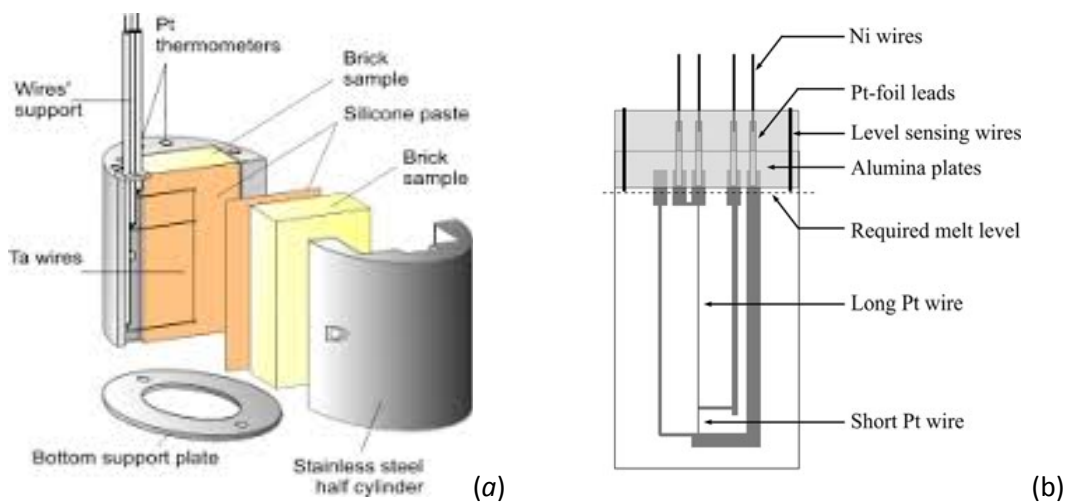


fig.1 Some transient Hotwire instrument for solid.

Con el fin de medir con precisión la resistencia de los cables, puentes electrónicos eran desarrollado rápidamente después de los avances en la electrónica y ordenadores. Una excelente serie de puentes fue desarrollado en el Imperial College por M. Dix, y éstos se muestran en la Fig. 2 como un ejemplo. Diseño (a) se empleó en la década de 1970 [23-26]. Al alcanzar el equilibrio, las resistencias en el brazo superior derecho se introdujeron de

forma automática uno a la vez y por tanto seis puntos de equilibrio, es decir, seis resistencias de alambre se obtuvieron en una corrida. Con el fin de ser capaz de obtener más mediciones de resistencia en una corrida, el diseño (b) se empleó en los años 1980 y 1990 [33,34]. En este diseño, en lugar de el cambio de las resistencias de la parte superior del brazo derecho, la tensión del brazo inferior derecha se cambió a predeterminado, por un ordenador. Por lo tanto, cerca de 64 medidas de resistencia se obtuvieron en 1 s. En el diseño (c), empleado después de 2000 [35], los voltajes se registran continuamente. Resistencias de alambre se calculan a partir de la resistencia estándar conocida (R_{STD}).

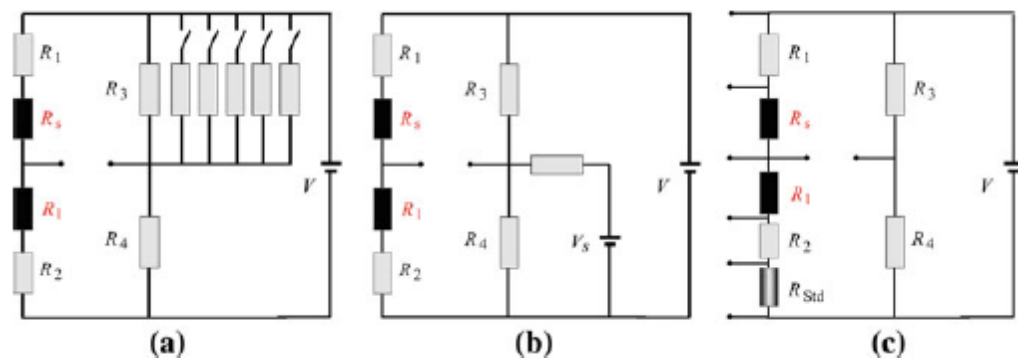


Fig. 2 Typical automatic bridge designs.

La medición precisa de la resistencia de los cables la técnica sobre tiempos muy cortos permitió la técnica de extender a veces mucho más bajos. Como consecuencia, durante el última década la "solución ideal" analítico descrito anteriormente, fue sustituido por el uso de análisis de elementos finitos en el procedimiento de medición. Resolver el diferencial ecuación de conducción de calor por un método numérico en lugar de una solución analítica nos permite utilizar el método para más geometrías complejas de lo inicialmente previsto, como los establecidos en la descripción de la técnica para sólidos y metales fundidos. Por lo tanto, la solución de elementos finitos se utiliza para representar exactamente la geometría de los sensores de medición y para mejorar la exactitud de las mediciones. El uso de elementos finitos siguió el desarrollo de la tecnología de software. Por lo tanto, en el principio, la malla de la geometría fue creado por un software desarrollado en el lenguaje

de programación Fortran mientras que hoy se puede hacer fácilmente con los paquetes de elementos finitos (COMSOL, Ansys, etc.) [35].

Independientemente de la aplicación con éxito de la técnica de hilo caliente transitoria en la medición de la conductividad térmica de gases, líquidos, fundidos, nanofluidos, y sólidos, sobre muy amplias gamas de temperatura y presión, todavía hay algunas zonas en las que la técnica no puede ser aplicada.

- (A) En el caso de la región crítica, la técnica no se puede aplicar ya que requiere un aumento de temperatura de unos pocos grados Kelvin. Los cambios en las propiedades físicas del fluido cerca de condiciones críticas son demasiado grandes, ya sea con la temperatura o incluso altura de la célula de medición.
- (B) El caso de la región de gas diluido a baja presión, sin embargo, es una región donde las mediciones parecen desviarse sistemáticamente de las expectativas. Se ha demostrado recientemente [36] que, aunque las medidas de viscosidad a muy baja presión y hasta a altas temperaturas concuerdan muy bien con los resultados calculados empleando los mejores potenciales disponibles, esto no sucede para la conductividad térmica. Además, se ha demostrado [36] que esta pequeña desviación parece aumentar con la complejidad molecular o polaridad. Aunque las desviaciones pueden ser pequeños para propósitos de ingeniería, su origen sigue siendo de gran interés científico.
- (C) En el caso de películas delgadas, la técnica no se puede aplicar para las mediciones de baja incertidumbre debido a que el espesor del sensor es comparable al grosor de las muestras y las pérdidas de calor.
- (D) Con respecto a materiales sólidos porosos [37] las propiedades térmicas se van reportando así como materiales en polvo a temperaturas ambiente o a altas temperaturas empleando ya sea la técnica de hot wire u otra técnica.

Otras aplicaciones a la medición de la conductividad térmica han hecho uso de un alambre en espiral para generar una fuente plano de calor, para lo cual la teoría unidimensional es a menudo suficiente para permitir mediciones relativas fiables [38]. Sin embargo, la aplicación es más similar a un disco caliente transitoria en lugar del alambre caliente transitoria. También en la parte de optimización de los modelos y algoritmos sobre el hilo caliente [39] para la determinación de propiedades térmicas de materiales.

Evolución histórico del modelo teórico desde el primer reportado hasta el utilizado hoy en día.

Así como empezaron los avances con respecto a los modelos experimentales también el modelo teórico evoluciona, Jhon Tyndall en su libro *Heat Considered as a Mode of Motion* en 1863 escribe [40]: "*Rumford negó la conducción de gases, aunque estaba familiarizado con su convección. El tema de la conducción gaseosa ha sido tomada recientemente por el profesor Magnus de Berlín, que considere que sus experimentos demuestran que el gas hidrógeno conduce el calor como un metal ... Hermosa e ingenioso como estos experimentos están (en referencia a los experimentos realizados por Magnus y Grove), I no creo que establecen de manera concluyente la conductividad de hidrógeno Las teorías son indispensables, pero que a veces actúan como drogas sobre la mente.*" El debate de conducción de gas terminó en esencia con la amplia aceptación del trabajo pionero de James Clerk Maxwell [41,42] en las ilustraciones de la teoría dinámica de los gases y su cálculo de un valor teórico de la conductividad térmica de un gas. En el mismo documento, también mostró la dependencia de la conductividad térmica de la temperatura y la presión. Además, dos años más tarde, Rudolf Julius Emmanuel Clausius en sus trabajos sobre la conducción de calor por los gases [43,44] respaldada teorías de Maxwell, que muestra que la conductividad térmica aumenta con la temperatura y era independiente de la presión cuando el gas era ideal. El debate de conducción de gas terminó en esencia con la amplia aceptación del trabajo pionero de James Clerk Maxwell [41,42] en las ilustraciones de la teoría dinámica de los gases y su cálculo de un valor teórico de la conductividad térmica de

un gas. En el mismo documento, también mostró la dependencia de la conductividad térmica de la temperatura y la presión. Además, dos años más tarde, Rudolf Julius Emmanuel Clausius en sus trabajos sobre la conducción de calor por los gases [43,44] respaldada teorías de Maxwell, que muestra que la conductividad térmica aumenta con la temperatura y era independiente de la presión cuando el gas era ideal. Diez años más tarde, en 1872, Josef Stefan [45,46] con su experiencia experimental (que es bien conocido por la cuarta ley de la radiación de la temperatura), se dispuso a desafiar palabras de Maxwell. Durante el período 1888-1971, el hilo caliente transitoria evoluciona como un instrumento completo para la medición de la conductividad térmica de los líquidos y sólidos. Sin embargo, el primer instrumento de hilo caliente "transitoria" fue propuesto por Stålhane y Pyk en 1931 [40], con el fin de medir la conductividad térmica de sólidos y polvos (y algunos líquidos); Se investigó aún más la relación entre el tiempo y aumento de la temperatura, para un alambre recto fino sometido a un cambio de paso en la entrada de calor al alambre. Ellos encontraron que durante un breve intervalo después de la iniciación del cambio de paso, la siguiente relación empírica es válida para la diferencia de temperatura,

$$\Delta T = \frac{Aq}{\lambda} \ln\left(\frac{r_0^2}{t} + B\right)$$

Aquí q es el calor por unidad de longitud, r_0 es el radio del alambre, y t es el tiempo. Constantes A y B se obtuvieron a partir de fluidos de conductividad térmica conocido. Van der Held y Van Drunen [47,48] hicieron mucho trabajo teórico. Obtuvieron la expresión empírica de Stålhane y Pyk resolviendo la ecuación de Fourier, y que además ellos adelantaron a lo que se conoce "solución ideal", como:

$$\Delta T = \frac{q}{4\pi\lambda} \ln\left(\frac{4\alpha t}{r_0^2} - 0.5772\dots\right)$$

o para dos tiempos distintos, $\Delta T_1 - \Delta T_2 = \frac{q}{4\pi\lambda} \ln\left(\frac{t_2}{t_1}\right)$.

Los modelos empiezan a modificarse de acuerdo a la disposición experimental y geometría tanto en la dirección de la fuente como del propio experimento [49-52]. Tal que hay varias variantes en la forma de calentamiento (unidireccional, radial, etc.) como en la detección

de la variación de la temperatura. Múltiples algoritmos, métodos de análisis y simulaciones del fenómeno se estudian hasta el día de hoy [53]

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] B. Stålhane, S. Pyk, *Teknisk Tidskrift* **61**, 389 (1931)
- [12] W.A.Wakeham, A. Nagashima, J.V. Sengers (eds.), *Experimental Thermodynamics. Vol. III, Measurement of the Transport Properties of Fluids* (Blackwell Scientific Publications, London, 1991)
- [13] J. Assael, M. Dix, A. Lucas, and W. A. Wakeham, *J. Chem. Soc., Faraday Trans. 1* **77**:439 (1981).
- [14] E. Charitidou, M. Dix, M. J. Assael, C. A. Nieto de Castro, and W. A. Wakeham, *Int. J. Thermophys.* **8**:511 (1987).
- [15] W. A. Wakeham, A. Nagashima, and J. V. Sengers, eds, *Experimental Thermodynamics. Vol. III. Measurements of the Transport Properties of Fluids* (Blackwell Scientific Publications, London, 1991).
- [16] W. E. Haupin, *Am. Ceram. Soc. Bull.* **39**:139 (1960).
- [17] A. Von Mittenbühler, *Ber. Dtsch. Keram. Ges.* **41**:15 (1964).
- [18] Deutsches Institut für Normung, *Testing of Ceramic Materials: Determination of Thermal Conductivity up to 1600 °C by the Hot-Wire Method. Thermal Conductivity up to 2 W/m/K* (in German), DIN 51046 (August 1976).
- [19] European Committee for Standardization, *Methods of Testing Dense Shaped Refractory Products. Part 14: Determination of Thermal Conductivity by the Hot-Wire (Cross-Array) Method.* EN 993-14 (1998).
- [20] European Committee for Standardization, *Methods of Testing Dense Shaped Refractory Products. Part 15: Determination of Thermal Conductivity by the Hot-Wire (Parallel) Method.* EN 993-15 (1998).
- [21] L. Vozár, *J. Therm. Anal.* **46**:495 (1996).
- [22] G. D. Morrow, *Ceram. Bull.* **58**:687 (1979).
- [23] J.J. de Groot, J. Kestin, H. Sookiazian, *Physica* **75**, 454 (1974)
- [24] C.A. Nieto de Castro, J.C.G. Calado, W.A. Wakeham, M. Dix, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* **9**, 1073 (1976)
- [25] J. Kestin, R. Paul, A.A. Clifford, W.A. Wakeham, *Physica A* **100**, 349 (1980)

-
- [26] M.J. Assael, M. Dix, A. Lucas, W.A. Wakeham, J. Chem. Soc. Faraday Trans. I **77**, 439 (1980)
- [27] *Standard Test Method for Thermal Conductivity of Refractories by Hot Wire (Platinum Resistance Thermometer Technique)*, ASTM Designation C1113-99 (American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1999)
- [28] H.L. Burge, L.B. Robinson, J. Appl. Phys. **39**, 51 (1968)
- [29] Methods of Test Dense Shaped Refractory Products—Determination of Thermal Conductivity by the Hot-Wire (Parallel) Method, EN 993-15 (European Committee for Standardization, 1998)
- [30] M.J. Assael, K.D. Antoniadis, K.E. Kakosimos, I.N. Metaxa, Int. J. Thermophys. **29**, 445 (2008)
- [31] M.V. Peralta-Martinez, M.J. Assael, M. Dix, L. Karagiannidis, W.A. Wakeham, Int. J. Thermophys. **27**, 353 (2006).
- [32] M.V. Peralta-Martinez, M.J. Assael, M. Dix, L. Karagiannidis, W.A. Wakeham, Int. J. Thermophys. **27**, 681 (2006).
- [33] G.C. Maitland, M. Mustafa, M. Ross, R.D. Trengove, W.A. Wakeham, M. Zalaf, Int. J. Thermophys. **7**, 245 (1986).
- [34] M.J. Assael, E. Charitidou, G.P. Georgiades, W.A. Wakeham, Ber. Bunsenges. Phys. Chem. **92**, 627 (1988).
- [35] M.J. Assael, K.D. Antoniadis, J. Wu, Int. J. Thermophys. **29**, 1257 (2008).
- [36] W.A. Wakeham, in *Proceedings of 30th International Thermal Conductivity Conference* (Pittsburgh, PA, 2009).
- [37] David S. Smith, Arnaud Alzina, Julie Bourret, Benoît Nait-Ali, Fabienne Pennec, and Nicolas Tessier-Doyen, Thermal conductivity of porous materials, J. Mater. Res., Vol. 28, No. 17, Sep 14, 2013.
- [38] S. E. Gustafsson, *Rev. Sci. Instrum.* **62**:797 (1991).
- [39] Gabriela Bran-Anleu, Adrienne S. Lavine, Richard E. Wirz, and H. Pirouz Kavehpour, Algorithm to Optimize Transient Hot-Wire Thermal Property Measurement, Review of Scientific Instruments **85**, 045105 (2014)
- [40] J. Tyndall, *Heat Considered as a Mode of Motion: Being a Course of Twelve Lectures Delivered at the Royal Institution of Great Britain in the Season in 1862* (Longman, Green, Longman, Roberts, & Green, London, 1863), p. 239
- [41] J.C. Maxwell, Philos. Mag. IV **19**, 19 (1860)
- [42] J.C. Maxwell, Philos. Mag. IV **20**, 21 (1860)
- [43] R.J.E. Clausius, Philos. Mag. IV **23**, 417 (1862)
- [44] R.J.E. Clausius, Philos. Mag. IV **23**, 512 (1862)
- [45] J. Stefan, Math. Naturwiss. Kl. Abt. II **65**, 45 (1872)
- [46] J. Stefan, Sitzungsberichte der Kaiserlichen Akademie der Wissenschaft **72**, 69 (1875)
- [47] E.F.M. van der Held, F.G. van Drunen, Physica **15**, 865 (1949)
- [48] E.F.M. van der Held, J. Hardebol, J. Kalshoven, Physica **19**, 208 (1953)
- [49] H. M. Roder, "A transient hot wire thermal conductivity apparatus for fluids," J. Res. Natl. Bur. Stand. **86**, 457–493 (1981).
- [50] M. J. Assael, L. Karagiannidis, N. Malamataris, and W. A. Wakeham, The transient Hot-wire Technique: A numerical Approach, International Journal of Thermophysics, Vol. 19, No. 2, 1998
- [51] M. Dix, I. W. Drummond, M. Lesemann, V. Peralta-Martinez, W. A. Wakeham, M. J. Assael, L. Karagiannidis, and H. R. van den Berg, in *Proc. 5th ATPC* (Seoul, Korea, 1998), p. 113.
- [52] S. Alvarado, E. Marin, A. G. Juarez, A. Calderon, and R. Ivanov, "A hotwire method based thermal conductivity measurement apparatus for teaching purposes," Eur. J. Phys. **33**(4), 897 (2012).
- [53] Gabriela Bran-Anleu, Adrienne S. Lavine, Richard E. Wirz, and H. Pirouz Kavehpour, Algorithm to optimize transient hot-wire thermal property measurement, Review of Scientific Instruments **85**, 045105 (2014).

b. El método de la Impedancia eléctrica en materiales. Aplicaciones en MgO y concretos.

Un estudio de espectroscopia dieléctrica trata de obtener la respuesta de los materiales cuando se les aplica un campo eléctrico variable con el tiempo. Esta respuesta se expresa en términos de una magnitud macroscópica, la permisividad dieléctrica (ϵ), de cuyo análisis en función de la temperatura y frecuencia se obtiene información microscópica del medio.

La espectroscopia de impedancia eléctrica (EIS) mide las propiedades dieléctricas de un medio como una función de la frecuencia. Se basa en la interacción de un campo eléctrico externo con el momento dipolar eléctrico del material. La EIS se ha utilizado ampliamente para el estudio de la respuesta eléctrica de los materiales, [14].

El óxido de Magnesio (MgO) ha llamado la atención, reflejada en varios trabajos de investigación teóricos y experimentales con enfoques en sus propiedades de interés como su amplio band gap, alta conductividad térmica, estabilidad, baja constante dieléctrica, baja pérdida eléctrica y un buen acoplamiento de red [1]. El MgO ha sido ampliamente utilizado en varios estudios, tales como la catálisis [2,3], remediación de residuos tóxicos[4,5], materiales antibacteriales [6,7], en la industria de materiales refractarios, pinturas y productos de superconductores [8,9].

La Espectroscopia de impedancia (IS) es una de las técnicas más importantes para la determinación de las propiedades eléctricas de los materiales. Las mediciones de impedancia permiten una descripción cuantitativa de las propiedades eléctricas y electroquímicas de sistemas simples y complejas tales como la conductividad de los granos y las zonas intergranulares, la cinética de los procesos de electrodo y la capacitancia de doble capa eléctrica. Así mismo, para las investigaciones de conductividad electrónica e iónica de materiales, semiconductores y dieléctricos [10-13].

En la literatura encontramos varios estudios que tratan temas de propiedades ópticas, estructurales y superficiales de los polvos de MgO [15-17]. Sin embargo, hay limitados trabajos publicados sobre las propiedades eléctricas y conductividad de MgO en polvo. En relación a las propiedades dieléctricas, estas se han reportado en polvos de MgO producidos por la técnica sol-gel [18].

REFERENCIAS:

- [1] L.D. Zhang, J.M.Mou, Nano-Materials and Nano-Structure, Science Press, Beijing, 2001.
- [2] B.M. Choudary, R.S.Mulukutla, K.J.Klabunde, Am.Chem.Soc.125 (2003)2020.
- [3] T.Karasuda, Aika, J.Catal.171(1997)439.
- [4] P.Jeevanandam, K.J.Klabunde, Langmuir18(2002)5309.
- [5] R Kakkur, P.NKapoor, J.Phys.Chem.B108(2004)18140.
- [6] J.V..Stark, K.J..Klabunde, Chem.Mater.8(1996)1913.
- [7] J. Sawai, H.Kojima, H.Igarashi, A.Hashimoto, S.Shioji, T.Sawaki, A.Hakoda, E.Kawada, T.Kokugan, M.Shimizu, World J. Microbiol. Biotechnol. 16(2000)187.
- [8] A.N.Copp,J.Am.Ceram.Soc.Bull.174(1995)135.
- [9] A.Bhargava, J.A.Alarco, I.D.Mackinnon, D.Page, A.Iiyushechkin, Mater.Lett.34 (1998) 133.
- [10] M. Ciureanu, H. Wang, J. New Mater. Electrochem. Systems 3 (2000) 107.
- [11] Pan et al ., 2003; Prabakar y Mallikarjun Rao , 2007 ; Takashima y Schwan, 1965.
- [12] G.S. Popkirov, E. Barsoukov, R.N. Schindler, J. Electroanal. Chem. 425 (1997) 209.
- [13] B.-Y. Chang, S.-M. Park, Anal. Chem. 79 (2000) 4892.
- [14] N. G. Bukun and A. E. Ukshe, ISSN 1023-1935, Russian Journal of Electrochemistry, 2009, Vol. 45, No. 1, pp. 11–24.
- [15] D. Zhu, C.Zheng, Y.Liu, D.Chen, Z.He, L.Wen, W.Y.Cheung, S.P.Wong, Surf. Coat. Technol. 201(2006)2387.
- [16] S.H. Tamboli, R.B.Patil, S.V.Kamat, R.K.VijayaPuri, Puri, J.Alloys Compd. 477 (2009) 855.
- [17] R. Romero, F.Martin, J.R.Ramos-Barrado, D.Leinen, Surf.Coat. Technol. 204(2010) 2060.
- [18] R. Mbarki, A. Mnif, A.H. Hamzaoui. Materials Science in Semiconductor Processing 29 (2015) 300-306

c. Extensiones al modelo del HW

Las técnicas reportadas en la literatura se clasifican principalmente en dos grupos: las técnicas de estado estacionario y las transitorias. Generalmente, el primer tipo permite determinar un solo parámetro térmico [1, 2], a diferencia del segundo tipo.

En la práctica, las típicas señales de la fuente de calentamiento investigadas son generalmente en forma de delta de Dirac, Heaviside, y sinusoidal conocidos como método 3-Omega [3, 4]. Se encontró que el método Flash, propuesto inicialmente por Parker para

estimar la difusividad térmica, no es apropiado para medios granulares. Una de las razones principales es que el haz de radiación utilizado se extiende a través de las porosidades, de modo que la transferencia de calor dentro del dominio es complejo y no un fenómeno de conducción puro. Una discusión más detallada se puede encontrar en las referencias [5-7]. Por el contrario, la técnica de alambre caliente es eficiente y de uso común para materiales granulares debido a que la fuente de calor es proporcional a una resistencia eléctrica [8]. En un principio, se desarrollo para determinar la conductividad térmica aparente. El medio en estudio se considera radial e infinito, y el modelo matemático es asintótica y obtenido sólo para perfiles de temperatura a tiempos largos. Con estos supuestos, la conductividad es proporcional a la derivada de la temperatura con respecto al logaritmo de tiempo $dT/d\ln t$. Una solución analítica instantánea de este modelo y el parámetro de estimación simultánea son desarrollados recientemente en la Ref. [9].

Muchos de los procesos físicos y químicos en la ciencia e ingeniería de materiales dependen de la temperatura e incluyen fenómenos de calor y transferencia de masa. Por lo tanto, la determinación de las propiedades térmicas de la materia es esencial para describir estos procesos. Los parámetros térmicos típicos para ser evaluados en este trabajo son: la conductividad térmica, difusividad térmica y el calor específico. Existen una gran cantidad de métodos experimentales para la determinación de estos parámetros y cada uno de ellos es más o menos apropiado para los diferentes tipos de materiales.

A menudo se ha empleado la geometría de placas paralelas o cilindros coaxiales con una muestra de líquido o sólido contenido entre las dos superficies. En un régimen estacionario, son suficientes dos mediciones de temperatura dentro de la muestra para determinar su conductividad mediante la ley de Fourier y el flujo de calor conocido generado por la fuente de calor. Esta técnica tiene dos dificultades prácticas básicas.

La primera es tener en cuenta la resistencia a la transferencia de calor interfacial en el contacto entre las dos superficies y la muestra. La segunda se refiere a los importantes pérdidas de calor por convección y radiación, especialmente cuando la diferencia de temperatura entre el instrumento y el entorno es grande. Además, estos métodos están

limitados sólo a la medición de la conductividad térmica. Sin embargo, en la segunda clase de métodos, la estimación simultánea de las propiedades térmicas es posible usando estados periódicos transitorios o estables. El método flash desarrollado en sus inicios por Parker et al.[10] consiste en la irradiación en la cara frontal de una muestra cilíndrica finita y opaca, y la posterior medición de la elevación de la temperatura de su cara posterior. Sólo la transferencia de calor axial es considerada en el modelo matemático con un supuesto restrictivo de una pérdida de calor cero en los límites de la muestra. La solución matemática de este modelo se puede derivar usando el método de la impedancia térmica [11]. La sensibilidad máxima de esta solución a la difusividad térmica ocurre en el tiempo requerido para alcanzar la mitad de la temperatura de elevación máxima. Un modelo matemático general de pulsos que toman en cuenta la componente radial y las axiales del flujo de calor es propuesta por DA Watt [12]. Carslaw y Jaeger [13] da la solución, mediante funciones de Green bajo condiciones de superficie constante. Obviamente, esta hipótesis requiere una ley de radiación de enfriamiento lineal que sólo es válida para pequeños cambios de temperatura en un régimen transitorio. El método Flash tiene la ventaja de evitar el problema de la resistencia térmica de contacto entre la muestra y la fuente de calor o el detector. Eventualmente, se puede utilizar un pulso de calor láser y el aumento de la temperatura de la cara posterior se puede detectar con un sensor de IR. Esta técnica se extiende a materiales semitransparentes usando un modelo matemático complejo que toma en cuenta la transferencia de calor, ambas, por conducción y radiación [14]. En tal caso, la solución generalmente se obtiene por simulación numérica [15]. Para materiales granulares (polvos y suelos), medios porosos (roca y similares) y gases, el método flash no es una técnica viable.

Las razones principales son la manera con la que la muestra se manipula durante el experimento y la propagación de la radiación a través de sus poros. Un breve resumen de las diversas técnicas utilizadas para estos tipos de materiales se puede encontrar en la referencia [16]. Nuestro interés se enfoca en la técnica del hilo caliente transitorio; que tiene una amplia aplicación en una diversidad de materiales. Consiste en utilizar una resistencia en forma de alambre cilíndrico delgado que entrega un flujo de calor constante

hacia un medio infinitamente grande. La medición de la temperatura se puede hacer en la superficie de la resistencia o en cualquier punto del medio a una distancia r del alambre. La solución matemática del modelo de conducción de calor comúnmente utilizado es el asintótico.

El perfil de temperatura es logarítmico y, en términos del número de Fourier, es válido en el intervalo de tiempo que satisface $r^2/4\alpha t < 1$. En consecuencia, sólo se abordan las mediciones de temperatura para tiempos grandes en el estudio de propiedades térmicas y la eficiencia del método está limitado a valores bajos de la difusividad térmica. Otros trabajos desarrollan una solución matemática instantánea que puede utilizar cualquier rango de tiempo [17]. La suposición de un medio infinitamente grande con respecto a la duración del experimento permite evitar la consideración de pérdidas de calor la frontera y la obtención una expresión matemática sencilla para la temperatura, en comparación a aquella de una geometría cilíndrica finita, propuesta en la referencia [12].

REFERENCIAS

- [1] Wakeham WA, Assael MJ. Measurement, instrumentation and sensors handbook. Boca Raton: CRC Press; 2000.
- [2] Hladik J. Métrologie des propriétés thermo-physiques des matériaux. Paris: Masson; 1990.
- [3] Degiovanni A, Benjamin R, Métrologie thermique : une histoire, un appareil, une application, JITH—Tanger—Maroc—15/17 novembre 2005.
- [4] Gustavsson M, Karawacki E, Gustafsson SE. Thermal conductivity, thermal diffusivity and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors Rev. Sci Instrum. 1994;65:3856–9.
- [5] Parker WJ, Jenkins RJ, Butler CP, Abbott GL. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. J Appl Phys. 1961;32:1679.
- [6] Watt DA. Theory of thermal diffusivity by pulse technique. Brit J Appl Phys. 1966;17:231.
- [7] Vozar L, Hohenauer W. Flash method of measuring the thermal diffusivity. A review. High Temp-High Press. 2003;35:253.
- [8] Tian F, Sun L, Mojumbar S, Prasad R. Absolute measurement of thermal conductivity of poly(acrylic acid) by transient hot wire technique. J Therm Anal Calorim. 2011;104(3):823.
- [9] Sassi MBH, Dos Santos CAC, Da Silva ZE, Gurgel JM, Jose PA Jr. Heat conduction models for the transient hot wire technique. High Temp-High Press. 2009;2(38):97–117.
- [10] Parker W. J., Jenkins R. J., Butler C. P., Abbott G. L. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of Applied Physics* **32** (1961), 1679.
- [11] Defer D., Antczak E., Duthoit B. Measurement of low-thermal effusivity of building materials using thermal impedance method. *Meas. Sci. Technol.* **12** (2001), 549.
- [12] Watt D. A., Theory of Thermal Diffusivity by Pulse Technique. *Brit. J. Appl. Phys.* **17** (1966), 231.
- [13] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger. *Operational Methods in Applied Mathematics*, London: Oxford University Press, 1953.

-
- [15] Silva Z. E., Laurent M., Baillis D. D. *Inverse Analysis of Transient Coupled Conduction-Radiation – Conductive and Radiative Properties and Measurements*, AIAA/ASME Joint Thermophysics and Heat Transfer Conference, 1998.
- [16] Vozar L., Hohenauer W. Flash method of measuring the thermal diffusivity, *A review. High Temperatures-High Pressures* **35** (2003), 253.
- [17] Wakeham W. A., Assael M. J. *Measurement, Instrumentation and Sensors Handbook*, CRC Press LLC, 2000.
- [18] Mohamed B. H. Sassi, Carlos A. C. Dos Santos², Zaqueu E. Da Silva, Jose M. Gurgel and Jose P. A. Junior. Heat Conduction models for the transient hot wire technique, *High Temperatures-High Pressures*, Vol. 38, pp. 97–117 (2009).

d. Estudios de propiedades térmicas en concreto y compositos.

En el estudio de propiedades térmicas en materiales sólidos como son el concreto, los compositos y morteros la bibliografía reporta resultados tanto a temperaturas extremas como a temperaturas normales y con diferentes tipos de agregados utilizados en sus respectivas regiones de origen.

Con base en la revisión de la literatura [1], los valores de conductividad térmica del concreto van desde 2,15 a 2,51 kcal / mh ° C de acuerdo con los diferentes agregados ampliamente utilizados en Japón. Es más, este rango del concreto se amplía a 1,7 a 2,53 kcal / mh ° C a 38° C, de acuerdo con distintos agregados [2].

Sin embargo, la conductividad térmica del hormigón se ve muy afectada por la dosificación de la mezcla, tipos y fuentes de agregados, así como el estado de humedad y el peso unitario en estado seco [3-5]. Además de los factores, que influyen los antes mencionados, las conductividades térmicas de los materiales en base cemento parecen cambiar con el equipo de medición utilizado [4].

Un programa de prueba experimental se llevó a cabo principalmente para investigar diversos factores claves y por lo tanto predecir con precisión las respuestas de conducción de calor durante el proceso de endurecimiento. De acuerdo con los resultados de la prueba, la conductividad del hormigón se representa en términos de la cantidad de agregado, la fracción de agregado fino, temperatura, y humedad de la muestra [7].

Las estructuras de hormigón pueden sufrir daños debido a errores de construcción, exposición ambiental, y las cargas de servicio. Este daño debe ser detectado y caracterizado de manera oportuna y confiable. La escasez de fondos necesarios para la reparación estructural o el reemplazo de las estructuras de hormigón deficientes obliga a los organismos del estado buscar pruebas no destructivas avanzadas (END) que faciliten la evaluación eficiente y fiable del estado de la infraestructura existente para garantizar la seguridad pública [6].

En los últimos años, se han reportado numerosos estudios de aplicación de técnicas no destructivas en la detección y localización de anomalías en el concreto. Comúnmente se utilizan técnicas de infrarrojos en aplicaciones militares, NDT de materiales y diagnóstico médico. La termografía de infrarrojo se puede utilizar para localizar y determinar el grado de porosidad del hormigón [6]. Este método se basa en el principio de que las anomalías en un material conducen a diferencias de temperatura en los puntos localizados en el interior respecto a su superficie, esto causado por diferentes tasas de transferencia de calor en las zonas de defectos [8].

Hay investigaciones donde relacionan los porcentajes de daño con la conductividad térmica del hormigón, analizando los diferentes factores que intervienen en ellos en base a la medición de la diferencia de temperatura de dos superficies de la muestra [9].

Así mismo, se reportan estudios significativos analizando el comportamiento en muestras a altas temperaturas [10,12].

Las variaciones de temperatura debidas a cambios climáticos son una causa importante de los movimientos en una estructura de hormigón, tanto en las direcciones longitudinales como en las transversales, y entre las diferentes partes de la estructura. Si se restringen estos movimientos, se inducirán tensiones que pueden contribuir a la fisuración. Los movimientos son causados por interacciones complejas de varios factores como la radiación solar, temperatura del aire, la radiación térmica de onda larga y la velocidad del viento. Para predecir las condiciones térmicas que varían en una estructura de hormigón se ha utilizado

un modelo de elementos finitos [11]. También los pavimentos que reciben gran carga de trabajo son analizados [13].

La reducción del consumo de energía en la construcción, la producción de materiales de aislamiento térmico, y la solución de los problemas del medio ambiente mediante el reciclaje de residuos industriales y domésticos se están convirtiendo en problemas mayores. Hay muchos compuestos ligeros que contienen rellenos reciclados, incluyendo residuos de vidrio [14], la ceniza [15,16], pastas kraft de sisal y residuos de plátano [17], reciclado de estireno butadieno nitrilo acrílico [18], escoria de acero volar [19] , ladrillos triturados ligero, ligero agregado arcilla expandida [20], polvo de caucho, caucho de neumáticos, llantas de fibra micronizado y residuos triturados de cables eléctricos[21].

Espuma de poliestireno y sus residuos se utilizan para diversos fines [22-24]. Ravindrayah [22] indicó que mediante la sustitución de 10%, 20%, 30% del agregado grueso en volumen sólido con perlas de poliestireno, la densidad del hormigón se reduce de 2.455 kg / m³ a 2.330, 2.210 y 2.080 kg / m³, respectivamente.

Se demostró que tal concreto agregado de poliestireno es más durable cuando en el ciclo de congelamiento y descongelamiento los sulfatos atacan al concreto. Se discuten los gránulos de espuma poliestireno y esquemas de interacción en concretos de cemento. La investigación de hormigón de cemento con espuma de poliestireno mostró que la zona de contacto de estos dos materiales es muy estrecha, sin ningún tipo de fracturas o microfisuras. La adherencia de los dos componentes depende del tamaño y la forma de gránulos utilizados [25].

REFERENCIAS:

- [1] Japan Concr. Inst. Report. Thermal Stress in Mass Concrete, JCI State of the Art Report, Japan 1985.
- [2] ACI Committe 207, Mass concrete, ACI Manual of Concrete Practice, Part 1, American Concrete Institute Detroit, 1994.
- [3] Morabito, Measurement of the thermal properties of different concretes, High Temp. High Press. 21 (1989) 51– 59.
- [4] A.M. Neville, Properties of Concrete, Longman, UK, 1995.

-
- [5] A. Lanciani, P. Morabito, P. Rossi, Measurement of the thermophysical properties of structural materials in laboratory and in site: methods and instrumentation, *High Temp. High Press.* 21 (1989) 391–400.
- [6] Buyukozturk O. Imaging of concrete structures. *NDT & E International*, Vol 31. London: Elsevier Science Ltd., 1998, p. 233-243.
- [7] Kook-Han Kim, Sang-Eun Jeon, Jin-Keun Kimb, Sungchul Yang, An experimental study on thermal conductivity of concrete, *Cement and Concrete Research* 33 (2003) 363–371.
- [8] Inagaki T., Ishii T., Iwamoto T. On the NDT and E for the diagnosis of defects using infrared thermography. *NDT & E International*, Vol 32. London: Elsevier Science Ltd., (1999), p. 247-257.
- [9] Ramiz Delpak¹, Albinas Gailius², Dangyras Zukauskas³, Determination of Thermal-Mechanical Properties of Concrete, *Journal of Civil Engineering and Management*, (2002), Vol VIII, No 2, ! 21-124.
- [10] Md Azree Othuman, Y.C. Wang, Elevated-temperature thermal properties of lightweight foamed concrete, *Construction and Building Materials* 25 (2011) 705–716.
- [11] Oskar Larsson , Sven Thelandersson, Estimating extreme values of thermal gradients in Structures, *Materials and Structures* (2011) 44:1491–1500.
- [12] Md Azree Othuman Mydin , Y.C. Wang, Mechanical properties of foamed concrete exposed to high temperatures, *Construction and Building Materials* 26 (2012) 638–654.
- [13] Alex Hak-Chul Shin, Upender Kodide, Thermal conductivity of ternary mixtures for concrete pavements, *Cement & Concrete Composites* 34 (2012) 575–582.
- [14] Ducman V, Mladenovi_c A, _Suput JS. Lightweight aggregate based on waste glass and its alkali-silica reactivity. *Cem Concr Res* 2002;32:223–6.
- [15] Varughese KT, Chaturvedi BK. Fly ash fine aggregate in polyester based polymer concrete. *Cem Concr Compos* 1996;18(2):105–80.
- [16] Kearsley EP, Wainwright PJ. The effect of high fly ash content on the compressive strength of foamed concrete. *Cem Concr Res* 2001;31:105–12.
- [17] Savastano Jr H, Warden PG, Coutts RSP. Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. *Cem Concr Compos* 2000;22(5):379–84.
- [18] Palos A, D'Souza NA, Snively CT, Reidy RF. Modification of cement mortar with recycled ABC. *Cem Concr Res* 2001;31:1003–7.
- [19] Yue YL, Li GZ, Xu XS, Zhao ZJ. Properties and microstructures of plan-fiber-reinforced cement-based composites. *Cem Concr Res* 2000;30:1983–6.
- [20] Alduaij J, Alshalch K, Haque MN, Ellaythy K. Lightweight concrete in hot coastal areas. *Cem Concr Comp* 1999;21(5–6):453–8.
- [21] Bignozzi MC, Sacconi A, Sandrolini F. New polymer mortars containing polymeric wastes. Part 2. Dynamic mechanical and dielectric behaviour. *Compos Part A: Appl Sci Manufact* 2002;33(2):205–11.
- [22] Sri Ravindrarajah R. Bearing strength of concrete containing polystyrene aggregate. *Durability of Building Materials and Components*, 8, 1999. Institute for Research in Construction, Ottawa, Canada. p. 505–14.
- [23] Sayil BM, Gurdal E. The physical properties of polystyrene aggregated gypsum blocks. *Durability of building materials and components*, vol. 8, 1999. Institute for Research in Construction, Ottawa, Canada. p. 496–504.
- [24] Bajdur W, Pajczkowska J, Makarucka B, Sulkowska A, Sulkowski WW. Effective polyelectrolytes synthesised from expanded polystyrene wastes. *Eur Polym J* 2002;38(2):299–304.
- [25] A. Laukaitis, R. _Zurauskas, J. Kerien_e, The effect of foam polystyrene granules on cement composite properties, *Cement & Concrete Composites* 27 (2005) 41–47.

1.2. Estado del Arte

a. Resultados actuales de propiedades térmicas en MgO, concretos y composites mediante el HW

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.

b. Resultados actuales de extensiones al modelo del HW

Las técnicas reportadas en la literatura se clasifican principalmente en dos grupos: las técnicas de estado estacionario y las transitorias. Generalmente, el primer tipo permite determinar un solo parámetro térmico [1, 2], a diferencia del segundo tipo.

En la práctica, las típicas señales de la fuente de calentamiento investigadas son generalmente en forma de delta de Dirac, Heaviside, y sinusoidal conocidos como método 3-Omega [3, 4]. Se encontró que el método Flash, propuesto inicialmente por Parker para estimar la difusividad térmica, no es apropiado para medios granulares. Una de las razones principales es que el haz de radiación utilizado se extiende a través de las porosidades, de modo que la transferencia de calor dentro del dominio es complejo y no un fenómeno de conducción puro. Una discusión más detallada se puede encontrar en las referencias [5-7]. Por el contrario, la técnica de alambre caliente es eficiente y de uso común para materiales granulares debido a que la fuente de calor es proporcional a una resistencia eléctrica [8]. En un principio, se desarrolló para determinar la conductividad térmica aparente.

El medio en estudio se considera radial e infinito, y el modelo matemático es asintótica y obtenido sólo para perfiles de temperatura a tiempos largos. Con estos supuestos, la conductividad es proporcional a la derivada de la temperatura con respecto al logaritmo de tiempo $dT/d\ln t$. Una solución analítica instantánea de este modelo y el parámetro de estimación simultánea son desarrollados recientemente [9] y también reportándose a modelos de conducción de calor de hot wire trabajando en condiciones de elevadas temperaturas y presiones [10].

REFERENCIAS

- [1] Wakeham WA, Assael MJ. Measurement, instrumentation and sensors handbook. Boca Raton: CRC Press; 2000.
- [2] Hladik J. Métrologie des propriétés thermo-physiques des matériaux. Paris: Masson; 1990.
- [3] Degiovanni A, Benjamin R, Métrologie thermique : une histoire, un appareil, une application, JITH—Tanger—Maroc—15/17 novembre 2005.
- [4] Gustavsson M, Karawacki E, Gustafsson SE. Thermal conductivity, thermal diffusivity and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors Rev. Sci Instrum. 1994;65:3856–9.
- [5] Parker WJ, Jenkins RJ, Butler CP, Abbott GL. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. J Appl Phys. 1961;32:1679.

-
- [6] Watt DA. Theory of thermal diffusivity by pulse technique. *Brit J Appl Phys.* 1966;17:231.
 - [7] Vozar L, Hohenauer W. Flash method of measuring the thermal diffusivity. A review. *High Temp-High Press.* 2003;35:253.
 - [8] Tian F, Sun L, Mojumbar S, Prasad R. Absolute measurement of thermal conductivity of poly(acrylic acid) by transient hot wire technique. *J Therm Anal Calorim.* 2011;104(3):823.
 - [9] Sassi MBH, Dos Santos CAC, Da Silva ZE, Gurgel JM, Jose PA Jr. Heat conduction models for the transient hot wire technique. *High Temp-High Press.* 2009;2(38):97–117.
 - [10] Mohamed B. H. Sassi, Carlos A. C. Dos Santos, Zaquie E. Da Silva, Jose M. Gurgel and Jose P. A. Junior. Heat Conduction models for the transient hot wire technique, *High Temperatures-High Pressures*, Vol. 38, pp. 97–117 (2009).

c. **Resultados actuales de propiedades térmicas en MgO, concretos y compositos mediante otras técnicas.**

Se han realizado muchos estudios que examinan la relación entre la distribución de tamaño de partícula de cemento Portland (PSD) y la cinética de hidratación y endurecidos propiedades de resistencia pasta de [1-6]. Para una relación agua-cemento (w/c) dada, una reducción del tamaño medio de partícula generalmente resulta en un aumento de la tasa de hidratación y, por lo tanto, la mejora de las propiedades tales como altas resistencias tempranas. Por esta razón, finuras de cemento Portland han aumentado en general en los últimos años. Sin embargo, Mehta [7] ha señalado que por consideraciones de durabilidad, cementos más finos pueden no ser siempre preferibles a las más gruesas. Además, recientemente se ha argumentado que en hormigones de alto rendimiento con relativamente baja w/c ratios, cementos más gruesas pueden ofrecer un rendimiento equivalente a largo plazo para los cementos más finos [8], lo que resulta en un ahorro de energía debido a una reducción en el tiempo de molienda. Esta conclusión se basó en estudios de simulación del grado de hidratación vs. comportamiento en el tiempo de un conjunto de cementos de tierra a diferentes finuras.

La determinación de la difusividad térmica es muy difícil ya que pertenece a una clase de problemas inversos donde un parámetro estimado es muy sensible a las cantidades medidas necesarias para su cálculo.

Hay varios métodos para medir la difusividad térmica de los materiales. Técnica del pulso láser requiere instrumentación relativamente complejo [9,10], las muestras delgadas (por debajo de 1 cm) y las técnicas especiales de preparación para las pruebas de materiales de

baja realización [11]. Un método de hilo caliente, que es un método estándar para la determinación transitoria conductividad térmica, es mucho menos sensible y fiable para la determinación de la difusividad térmica [12-14]. Se muestra eficaz y fiable para estimar la difusión térmica [15-18] Una técnica simple experimental basado en la respuesta térmica de muestras cilíndricas cuando la temperatura límite es repentinamente cambiada. El método se basa en solución unidimensional de balance de calor de Fourier.

Basado en el método experimental existente transitoria la difusividad térmica se puede estimar mediante el ajuste de los resultados experimentales a una expresión teórica basada en una función de Bessel [19,20] o su lineal (primer término) aproximación [17,18]. Los materiales que no pueden ser moldeados o requieren pruebas en condiciones selladas (la mayoría de los materiales antes mencionados) requieren el uso de un tubo portamuestras. Sin embargo, la exactitud del valor estimado está fuertemente influenciada por una discrepancia entre las condiciones de contorno reales y conceptuales.

REFERENCIAS

- [1] G. Frigioine, S. Marra, Relationship between particle size distribution and compressive strength in Portland cement, *Cem Concr Res* 6 (1976) 113–128.
- [2] B. Osbaeck, V. Johansen, Particle size distribution and rate of strength development of Portland cement, *J Am Ceram Soc* 72 (2) (1989) 197–201.
- [3] J.M. Pommersheim, Effect of particle size distribution on hydration kinetics. in: *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 85, L.J. Struble, P.W. Brown (Eds.), Mat Res Soc, Pittsburgh, 1987, pp. 301–306.
- [4] T. Knudsen, The dispersion model for hydration of Portland cement I General concepts, *Cem Concr Res* 14 (1984) 622–630.
- [5] S. Wakasugi, K. Sakai, S. Shimobayashi, H. Watanabe, Properties of concrete using belite-based cement with different fineness, in: O.E. Gjorv (Ed.), *Concrete under Severe Conditions 2*, E & FN Spon, London, 1998, pp. 2161–2169.
- [6] H.F.W. Taylor, *Cement Chemistry*, 2d ed., Thomas Telford, London, 1997.
P.K. Mehta, Durability—Critical issues for the future, *Concr International* 19 (7) (1997) 27–33.
- [7] D.P. Bentz, C.J. Haecker, An argument for using coarse cements in high performance concrete, *Cem Concr Res* 29 (1999) 615–618.
- [8] L. Vozar, W. Hohenauer, Uncertainty of thermal diffusivity measurements using the laser flash method, *Int. J. Thermophys.* 26 (6) (2005) 1899–1915.
- [9] B. Hay, J.R. Filtz, J. Hameury, L. Rongione, Uncertainty of thermal diffusivity measurements by laser flash method, *Int. J. Thermophys.* 26 (6) (2005) 1883–1898.
- [10] Y. Xu, D.D.L. Chung, Effect of sand addition on the specific heat and thermal conductivity of cement, *Cem. Concr. Res.* 30 (1) (2000) 59–61.
- [11] N. Ukrainczyk, T. Matusinovic´, Thermal properties of hydrating calcium aluminate cement pastes, *Cem. Concr. Res.* (2009), doi:10.1016/j.cemconres.2009.09.005.

-
- [12] N. Ukrainczyk, J. Alešković, J. Šipušić, Determination of thermal conductivity by transient hot wire method, 14, in: International Conference on Materials, Processes, Friction and Wear – MATRIB'09, 2009, pp. 418–425.
- [13] G.C. Glatzmaier, W.F. Ramirez, Simultaneous measurement of the thermal conductivity and thermal diffusivity of unconsolidated materials by the transient hot wire method, Rev. Sci. Instrum. 56 (7) (1985) 1394–1398.
- [14] J.-L. Marechal, Determination simultane de la diffusivite et la conductivite thermique du beton pendant son hydratation, Essais Mes. 306 (1973) 95–96.
- [15] P.F. Hansen, J. Hansen, K. Hougaard, E.J. Pedersen, Thermal properties of hardening cement paste, in: Proceedings of RILEM International Conference on Concrete at Early Ages, RILEM, Paris, 1982, pp. 23–36.
- [16] S. Tavman, I.H. Tavman, S. Evcin, Measurement of thermal diffusivity of granular food materials, Int. Commun. Heat Mass Transfer 24 (7) (1997) 945–953.
- [17] A. Ba, N. Laraqi, J.M. Garcia de Maria, Determination of thermal diffusivity of foods using 1D Fourier cylindrical solution, J. Food Eng. 78 (2) (2007) 669–675.
- [18] A. Ba, N. Laraqi, Diagrams for fast transient conduction in sphere and long cylinder subject to sudden and violent thermal effects on its surface, Appl. Therm. Eng. 23 (11) (2003) 1373–1390.
- [19] S. Kakac, Y. Yener, Heat Conduction, second ed., Hemisphere Publishing Corporation, London, 1985.

1.4. Objetivo General

- 1) Determinar las propiedades térmicas y eléctricas de polvos de óxido de magnesio en función del tamaño de grano y composición.
- 2) Estudiar el efecto de la composición y los parámetros de fraguado en las propiedades térmicas, ópticas, y mecánicas en morteros para aplicación en la industria de la construcción.

CAPITULO 2

MARCO TEORICO

a. **Analizador de propiedades térmicas KD2 PRO**

En la formulación matemática del método, el alambre caliente se supone que es una fuente de calor ideal infinitamente delgada y larga, que está en un material circundante infinito cuya conductividad térmica se va a determinar. La aplicación de una corriente eléctrica a lo largo del alambre, una cantidad constante de calor, por unidad de tiempo y por unidad de longitud, es liberado por el alambre y se propaga por todo el material. Esta propagación de calor a través de un medio infinito genera un campo transitorio de la temperatura, que depende logarítmicamente a tiempo. En la práctica, la fuente lineal teórica es abordado por una resistencia eléctrica delgada y el sólido infinito se sustituye por una muestra finita.

La diferencia entre las curvas experimentales y teóricas en su sección inicial es debido a la resistencia de contacto entre el alambre caliente y la muestra, mientras que la diferencia visto en la sección final se deriva del tamaño finito de la muestra. La zona intermedia, en donde las dos curvas muestran el mismo comportamiento, define los límites de tiempo que deben ser considerados cuando se mide la conductividad térmica a través de la técnica de hilo caliente. Así, el tiempo de medición máxima disminuye a medida que la conductividad del material aumenta. Esto limita el uso de este método con los materiales metálicos debido a su alta conductividad térmica reduciría en gran medida el tiempo máximo de medición. Además, no es posible utilizar este método para conductor eléctrico

materiales, a menos que algún proceso de eléctrica aislamiento entre el hilo caliente y la muestra se desarrolla. En el caso de los materiales poliméricos, no existen estas restricciones. Sin embargo, el uso de este método en la medición de la conductividad térmica de los polímeros no ha sido documentado como todavía.

Cuatro variaciones del método de hilo caliente son conocidos:

-
- Técnica estándar (técnica de cruz)
 - Técnica de resistencia de hilo caliente
 - Técnica de dos termopar
 - Técnica paralela de hilo caliente

El modelo teórico es el mismo, y la diferencia básica entre estas variaciones se encuentra en el procedimiento de medición de la temperatura. En consecuencia, la ecuación final obtenido para el cálculo de la conductividad térmica es diferente para cada una de estas variaciones.

La cantidad de calor Q transferida por unidad de tiempo t , debe ser una función Φ de la temperatura en las regiones involucradas T_1 y T_2 , que se puede expresar de la siguiente manera:

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = \phi(T_1, T_2)$$

Cabe recalcar que tanto el valor del flujo de calor como la forma de $\phi(T_1, T_2)$, dependen de la naturaleza del mecanismo de transporte involucrado, inclusive pueden estar presentes más de uno en un fenómeno determinado [1]. Se distinguen tres formas de propagación: la radiación, la convección y la conducción.

En el mecanismo de transferencia de calor por radiación es transferida por ondas electromagnéticas (fotones) que no requieren de un medio para su propagación. El valor del flujo ϕ_{rad} , radiado por un cuerpo que se encuentra rodeado por un medio a temperatura T_0 , viene dado por la ley de Stefan-Boltzman:

$$\phi_{rad} = \sigma A e (T^4 - T_0^4)$$

donde σ es la constante de stefan-Boltzman, A es el área de la superficie del cuerpo que está irradiado y e es la emisividad de dicha superficie, considerando que se encuentra a una temperatura absoluta T .

El fenómeno de transferencia de calor por convección tiene lugar mediante los movimientos macroscópicos de un fluido. Estos movimientos pueden ser causados por un agente externo (convección forzada) o mediante variaciones de la densidad provocadas por cambios de temperatura (convección libre). En general el análisis matemático de este tipo de fenómeno es bastante complicado. El modelo más simple que describe el fenómeno del flujo de calor por convección es el expresado por la ley de enfriamiento de Newton:

$$\phi_{conv} = hA(T_2 - T_1)$$

donde A es el área de la superficie a una temperatura T_2 por donde se produce el intercambio, T_1 es la temperatura del fluido y h es una función que depende de parámetros que están relacionados con las características del fluido y la geometría del sistema.

El fenómeno de transferencia de calor por conducción puede ser entendida como un proceso de transporte de calor relacionado con la temperatura a escala microscópica en el interior de sólidos y fluidos en general. El flujo local de calor en una dirección r , en un material homogéneo e isotrópico, se rige por la ley de Fourier[1]:

$$\phi_{cond} = -kA\nabla T$$

donde la conductividad térmica k , expresa la cantidad de calor transmitida por unidad de tiempo t , por unidad de área A , y por gradiente de temperatura $\nabla T = \partial T / \partial r$. El signo negativo es consecuencia del segundo principio de la Termodinámica, el cual establece que el calor debe fluir hacia la zona de temperatura más baja. Por lo tanto el gradiente de temperatura es negativo si ésta disminuye para valores crecientes de r , por lo que si el calor transferido en la dirección positiva debe ser una magnitud positiva, en el segundo miembro de la ecuación anterior se introduce un signo positivo.

La conductividad térmica es una medida de la capacidad del material para conducir el calor y caracteriza problemas estacionarios de transferencia de calor. En general la conductividad térmica de un material depende de la temperatura y la presión, aunque es altamente

sensible a cambios estructurales y de composición, usualmente para rangos moderados de estos parámetros se considera constante.

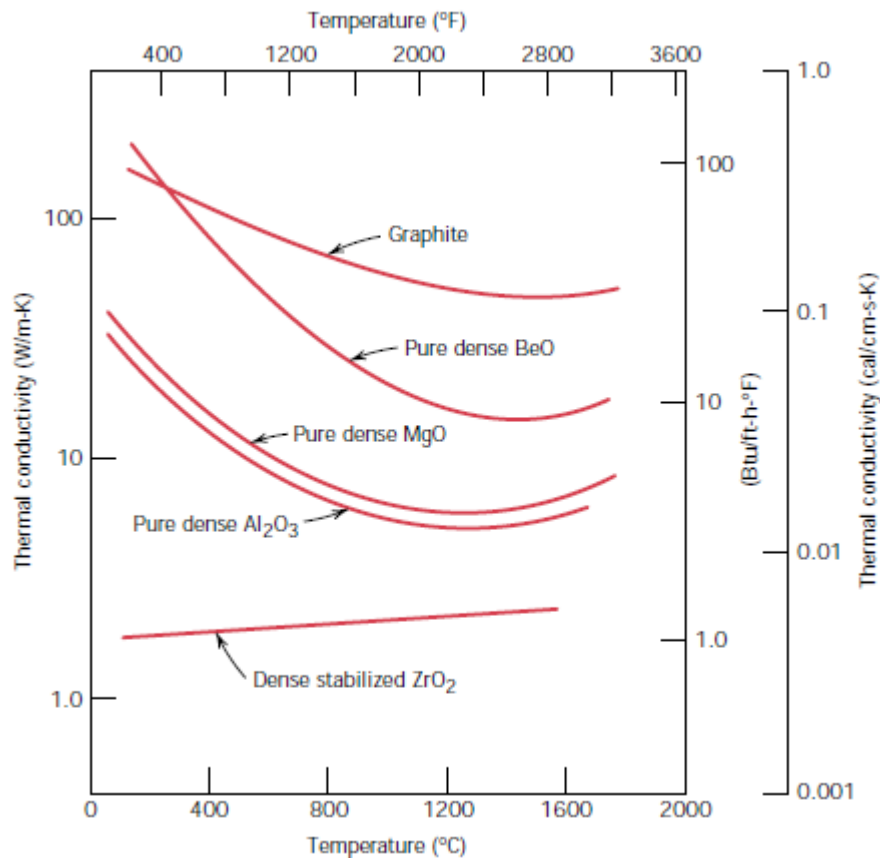


figura 1. Dependencia de la conductividad térmica con la temperatura para varios materiales cerámicos.

Cuando un material está sujeto a un calentamiento o enfriamiento no estacionario, su temperatura dependerá tanto de la coordenada espacial como del tiempo. El problema en este caso puede ser analizado mediante la ley de Fourier auxiliada por la ecuación de balance energético (ley de conservación de la energía). Suponiendo además la conductividad térmica constante en todo el material, se llega a una ecuación diferencial en derivadas parciales de tipo parabólica, denominada usualmente segunda ley de Fourier o ecuación de difusión de calor [2]:

$$\frac{\partial T(r,t)}{\partial t} - \alpha \nabla^2 T(r,t) = -\frac{Q(r,t)}{k}$$

donde ∇^2 es el operador de Laplace. Para un flujo unidimensional de calor la ecuación anterior tiene la forma:

$$\frac{\partial T(r,t)}{\partial t} - \alpha \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} = -\frac{Q(x,t)}{k}$$

Donde el parámetro Q representa a posibles fuentes de calor. El coeficiente α es la difusividad térmica, que es una medida de la rapidez con la que se propaga la variación de temperatura a través de un material, que viene dado por:

$$\alpha = \frac{k}{C}$$

donde C es la capacidad calorífica específica, o capacidad calorífica por unidad de volumen, definida a su vez como el producto de la densidad ρ , y el calor específico c :

$$C = \rho c$$

El calor específico es la cantidad de calor requerida para incrementar en un grado la temperatura de un gramo de sustancia. Este parámetro caracteriza problemas estáticos de transferencia de calor.

Carslaw y Jaeger [A] modelan la temperatura que rodea a una línea de fuente de calor infinito con la producción de calor constante y masa cero, en un medio infinito. Cuando una cantidad de calor Q (Jm^{-1}), se aplica instantáneamente a la fuente de calor de línea, el aumento de la temperatura a una distancia r (m) desde el origen es

$$\Delta T = \frac{Q}{4\pi kt} \exp\left(\frac{-r^2}{4Dt}\right)$$

donde k es la conductividad térmica ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$), D es la difusividad térmica (m^2/s), y t es el tiempo (s). Si una cantidad constante de calor aplicado a un calentador de masa cero durante un período de tiempo, en lugar de como un pulso instantáneo, la respuesta de temperatura es

$$\Delta T = \frac{q}{4\pi k} Ei\left(\frac{-r^2}{4Dt}\right) \quad 0 < t \leq t_1$$

donde q es la tasa de disipación de calor (W/m), t_1 es el tiempo de calentamiento y Ei es la integral exponencial. El aumento de la temperatura después de que el calor se apaga viene dada por

$$\Delta T = -\frac{q}{4\pi k} \left[-Ei\left(\frac{-r^2}{4Dt}\right) + Ei\left(\frac{-r^2}{4D(t-t_1)}\right) \right] \quad t > t_1$$

b. Analizador de constantes térmicas Hot Disk™ TPS2500

El método del Disco caliente (Hot-disc) es un método experimental diseñado para la estimación de la conductividad térmica y la difusividad térmica de muestras sólidas. Este método se basa en el calentamiento de una fuente plana transitorio de doble espiral resistiva intercalada entre dos muestras del material que se caracteriza [1].

La captura de la temperatura media del elemento de calentamiento con un método de estimación de parámetros se aplica a un modelo teórico que hace sea posible estimar la conductividad térmica y la difusividad térmica de las muestras de un solo experimento. Este método fue estudiado y usado por varios autores [2]. La creación de este método todavía plantea algunas preguntas:

- La evolución modelo teórico del disco caliente se publicó en forma de una integral infinito (Gustafsson 1991, 2005), sin especificar, a nuestro conocimiento, por lo que la función matemática esta integral está representada por el uso. Se puede observar que el modelo considera la espiral resistiva como anillos concéntricos con anchura resistiva insignificante.
- La propuesta simplificada del modelo no toma en cuenta la influencia de la inercia del disco caliente. Durante el proceso de estimación de parámetros, los primeros puntos en la captura de la temperatura (correspondiendo a tiempos menores como cerca del tiempo t_1) no son tomados en cuenta. El tiempo t_1 es empíricamente estimado (Bohac *et al* 2000)[3]: estimaciones severas de intervalos sucesivos [t_1, t_2]

se realizó, donde t_1 es una constante y seleccionada como las dimensiones del tiempo $\tau_2 = \sqrt{\frac{\alpha t}{r^2}}$ es igual a 1.0, donde α es la difusividad térmica de la muestra y r es el radio del disco caliente de prueba. El tiempo t es incrementado progresivamente por empezar de $t = 0s$. Hasta un cierto tiempo t_1 , el valor estimado de los parámetros varían débilmente y el intervalo $[t_1, t_2]$ se selecciona para la estimación.

Considerando un disco caliente asimilando un espaciado concéntrico de anillos n de un material resistivo, esto ha sido mostrado como un a medida de temperatura T del disco sometido a una salida de potencia total φ_0 que puede ser escrito como (Gustafsson 1991):

$$T(t) = \frac{\varphi_0}{\pi^{3/2} r_0 \lambda} D_n(\tau) \quad (1)$$

con $\tau = \sqrt{\frac{\alpha t}{r^2}}$ donde α es la difusividad térmica de la muestra, λ es la conductividad térmica de la muestra y r_0 es el radio del disco caliente y :

$$D_n(\tau) = [n(n+1)]^{-2} \int_0^\tau \sigma^{-2} d\sigma \times \left[\sum_{l=1}^n l \sum_{k=1}^n k \exp\left(-\frac{l^2 + k^2}{4n^2 \sigma^2}\right) I_0\left(\frac{lk}{2n^2 \sigma^2}\right) \right] \quad (2)$$

donde n es el numero concéntrico de anillos resistivo del disco caliente, I_0 es la función de Bessel modificada del primer tipo de orden cero.

Si el espacio entre los anillos resistivos se vuelve muy delgada, esta solución tiende hacia

$$D_\infty(\tau) = \int_0^\tau \sigma^{-2} d\sigma \int_0^1 v dv \int_0^1 u du \times \exp\left(-\frac{u^2 + v^2}{4\sigma^2}\right) I_0\left(\frac{uv}{2\sigma^2}\right) \quad (3)$$

El cálculo numérico de $D_n(\tau)$ y $D_\infty(\tau)$ no es posible cerca de cero (por $\tau < 0,03$), porque las relaciones (2) y (3) conducen a un límite infinito cuando τ tiende a cero.

Al asumir el ancho de los anillos concéntricos de resistivas infinitamente pequeño , las relaciones (2) y (3) no permiten una buena representación de las variaciones de temperatura del disco caliente en tiempos muy cortos. De hecho, uno puede ver que la anchura de los anillos resistivos no aparece en estas dos relaciones.

Mediante el cálculo de $D_n(\tau) - D_n(0.03)$ y $D_\infty(\tau) - D_\infty(0.03)$ y lo representamos por un polinomio de grado 6 de la siguiente manera:

$$P_n(\tau) = b_0 + b_1\tau + b_2\tau^2 + b_3\tau^3 + b_4\tau^4 + b_5\tau^5 + b_6\tau^6$$

entonces se puede deducir que: $D_n(\tau) = P_n(\tau) + D_n(0.03)$ y como $D_n(0) = 0$:

$$D_n(\tau) = D_n(0.03) + b_0 + b_1\tau + b_2\tau^2 + b_3\tau^3 + b_4\tau^4 + b_5\tau^5 + b_6\tau^6$$

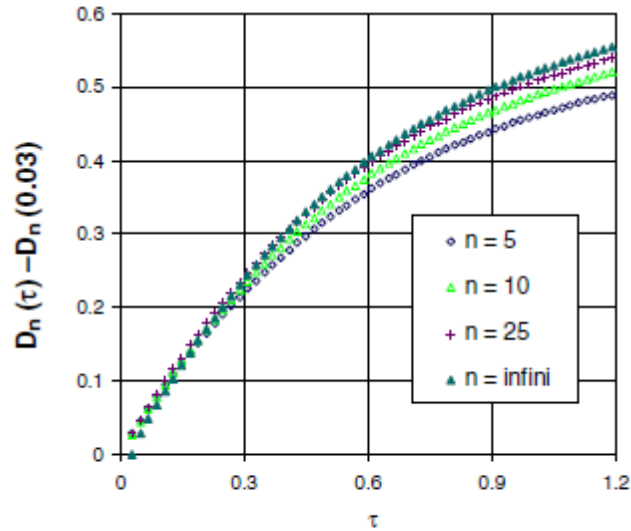


fig. 1 Funciones $D_n(\tau) - D_n(0.03)$

Tabla 1 y la Figura 1 presentan, respectivamente, los coeficientes de cada polinomio y las curvas representativas de las funciones correspondientes. Se puede observar que el coeficiente b_1 tiende a 1 para un número infinito de anillos resistivos (flujo uniforme). Luego, en un corto tiempo, tenemos $D_\infty(\tau) \approx D_\infty(0.03) + b_0 + \tau$ tenemos:

$$\begin{aligned} T(t) &= \frac{\varphi_0 [D_n(0.03) + b_0 + \tau]}{\pi^{3/2} r_0 \lambda} = \frac{\varphi_0 \left[D_n(0.03) + b_0 + \sqrt{\frac{\alpha t}{r_0^2}} \right]}{\pi^{3/2} r_0 \lambda} \\ &= \frac{\varphi_0}{\pi r_0^2 \sqrt{\pi E}} \sqrt{t} + \frac{\varphi_0 [D_n(0.03) + b_0]}{\pi^{3/2} r_0 \lambda} \end{aligned}$$

Considerando un flujo uniforme, tenemos que encontrar la ecuación de placa caliente a corto tiempo. Por lo tanto, se deduce que para un número infinito de anillos resistivos

$b_0 = -D_\infty(0.03)$. Con un número finito de anillos n concéntricos resistivos, la función $D_n(\tau)$ se conoce sólo para $\tau > 0,03$:

$$D_n(\tau) = c_0 + b_1\tau + b_2\tau^2 + b_3\tau^3 + b_4\tau^6 + b_5\tau^5 + b_6\tau^6$$

donde c_0 es una constante desconocida que no afecta a la forma de la curva de $D_n(\tau)$, simplemente provoca un desfase de tiempo constante en $T(t)$ proporcional al φ_0 e inversamente proporcional a λ .

Esta solución "ideal" ha sido establecido para una sonda con masa despreciable y una resistencia de contacto (R_c) entre la sonda y la muestra.

Tomando en cuenta la resistencia de contacto R_c , se supone que después de un cierto tiempo el efecto de la resistencia de contacto consiste simplemente en un cambio constante de la temperatura en comparación con el modelo ideal (Gustafsson 1991). Con su hipótesis se puede escribir:

$$T(t) = \frac{\varphi_0}{\pi^{3/2} r_0 \lambda} D_n(\tau) + R_c \varphi_0$$

tabla 1. Coeficientes de valores de los polinomios $D_n(\tau)$ - $D_n(0.03)$.

	$n=5$	$n=8$	$n=10$	$n=16$	$n=25$	$n=32$	$n=\infty$
b_1	0.9596	0.90557	0.9141	0.9386	0.9564	0.9638	0.9967
b_2	-1.0872	-0.5393	-0.4942	-0.4812	-0.4837	-0.4861	-0.4986
b_3	1-5965	0.1211	-0.03290	-0.1322	-0.1703	-0.1828	-0.2257
b_4	-1.9920	-0.08165	0.1206	0.2561	0.3123	0.3319	0.4006
b_5	1.3271	0.1215	-0.00358	-0.08452	-0.1178	-0.1295	-0.1708
b_6	-0.3437	-0.04620	-0.01610	0.002431	0.009822	0.01243	-0.02165

REFERENCIAS

- [1] Yves Jannot and Zoubir Acem, A quadrupolar complete model of the hot disc Meas. Sci. Technol. **18** (2007) 1229–1234
- [2] Gustafsson 1991, Bohac *et al* 2000, Malinaric 2004, He 2005.
- [3] Bohac V, Gustavsson MK, Kubicar L and Gustafsson SE 2000 Parameter estimations for measurements of thermal transport properties with the hot disk thermal constants analyzer Rev. Sci. Instrum. **71** 2452-5

-
- [4] He Y 2005 Rapid thermal conductivity measurements with a Hot disk sensor: Part 1. Theoretical considerations *Thermochim. Acta* **436** 122-9
- [5] Maillet D, Andre A, Batsale J-C, Degiovanni A and Moyne C 2000 *Thermal Quadrupoles* (New York: Wiley)

C. **Espectroscopia de Impedancias**

La espectroscopia de impedancia eléctrica es una técnica experimental muy estudiada y difundida como medio de caracterización de los materiales. Es una técnica relativamente nueva para caracterizar muchas de las propiedades eléctricas de materiales y sus interfaces. Mediante esta técnica es posible estudiar la dinámica de cargas ligadas o móviles en las regiones del bulto o en la interfase de cualquier clase de material sólido o líquido: iónico, semiconductor, mezcla de iónico-electrónico, así como aislantes.

La espectroscopia por impedancia provee de valiosa información física con aplicaciones en electroquímica y ciencias de materiales. En general, representa una medida de la oposición que encuentra la AC al atravesar un medio (llamaremos impedancia eléctrica a este concepto), que además es función de la frecuencia. Esta propiedad es, en general, función de la frecuencia del potencial aplicado y es una característica de cada sistema. Si cambia una propiedad física en el elemento bajo estudio (grado de cristalización, esfuerzo interno, composición, etc.) cambia también rápida y heterogéneamente la distribución de carga eléctrica, reduciendo o aumentando la conductividad del sistema, se dice entonces que cambia la polarización del mismo. La razón a la cual una región cambia su polarización cuando se aplica un voltaje es característico del tipo de material: por ejemplo el cambio lento se produce en reacciones químicas al entrar en contacto con la atmósfera la interface del electrodo y la sustancia, y es rápido en las fronteras de grano de electrolitos policristalinos. En materiales biológicos, por ejemplo, las bicapas dieléctricas de las células (membrana) y sus inherentes reactancias capacitivas son caracterizadas por la distribución de sus tiempos de relajación. La respuesta eléctrica de una célula heterogénea puede variar sustancialmente dependiendo del tipo de iones (carga eléctrica) presente, de la microestructura del electrolito, y de la textura y naturaleza de los electrodos [1].

La espectroscopia de impedancia eléctrica (EI) es un método moderno de caracterización de muchas de las propiedades eléctricas de los materiales y sus interfaces con electrodos conductores. Esto es usado para investigar la dinámica de enlaces moleculares y/o carga en movimiento dentro o en interfaces de materiales sólidos y líquidos, tales como semiconductores, materiales iónicos, mezcla de electrónico-iónico, aisladores eléctricos, emulsiones, electro-platinado, películas delgadas, fabricación de materiales compuestos, diseño mecánico, corrosión, etc. Cualquier propiedad intrínseca que influye en la conductividad de un sistema material- electrodo, estímulo externo de campo eléctrico y magnético es susceptible de ser estudiado por EI [2].

La impedancia es un concepto más general que el de resistencia porque toma en cuenta la diferencia de fase involucrada [3]. Por ejemplo, se sabe que una señal de voltaje a frecuencia única puede representarse como $V(t) = V_m \text{Sen}(wt)$, donde V_m es la amplitud y w es la frecuencia angular, la cual se relaciona con la frecuencia natural como $V = w / t$ como en la figura 1.

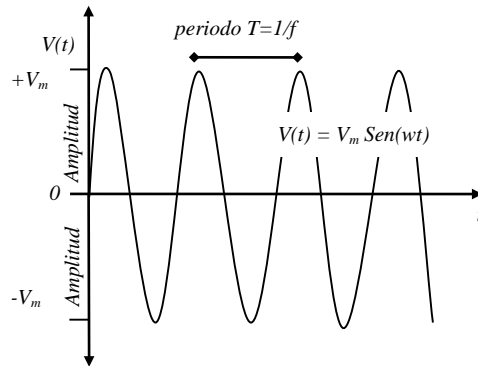


fig.1 Señal de voltaje alterno a frecuencia única

Cuando la señal se aplica a un circuito se establece una corriente también armónica pero con un ángulo de desfaseamiento, $I(t) = I_m \text{Sen}(wt + \theta)$. Aquí θ es la diferencia de fase entre el voltaje y la corriente, que es cero si el circuito es puramente resistivo fig. 2.

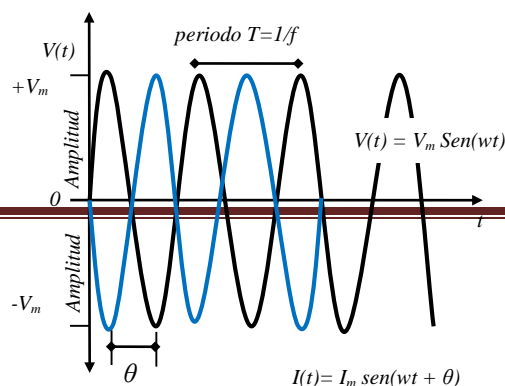


fig. 2 Desfasamiento entre la señal de voltaje y la señal alterna en un circuito eléctrico.

La impedancia se define como $Z_{total} = V_m/I_m$ y posee un ángulo de fase $\theta(\omega)$.

En un circuito eléctrico podemos tener resistencias y capacitancias en combinaciones infinitas, serie y paralelo. Por ejemplo, el caso más simple es cuando un circuito tiene un capacitor en serie con una resistencia, en otro caso podemos tener una resistencia en paralelo con un capacitor. Así podemos considerar un número muy grande de posibles arreglos, pero cada elemento eléctrico tiene una impedancia definida:

Para una resistencia pura la impedancia es: $Z_R = R$

Para un capacitor la impedancia es una imaginaria negativa: $Z_C = -\frac{1}{\omega C} j$ con $j = \sqrt{-1}$

Para un inductor la impedancia es imaginaria positiva: $Z_L = L\omega j$ con $j = \sqrt{-1}$

Además, si se tiene un circuito con más de un elemento de los mencionados anteriormente, es posible analizarlo aplicando las reglas de simplificación de circuitos eléctricos, las cuales establecen que: *La impedancia equivalente de elementos en serie se obtiene como la suma de las impedancias (ver fig.3).*

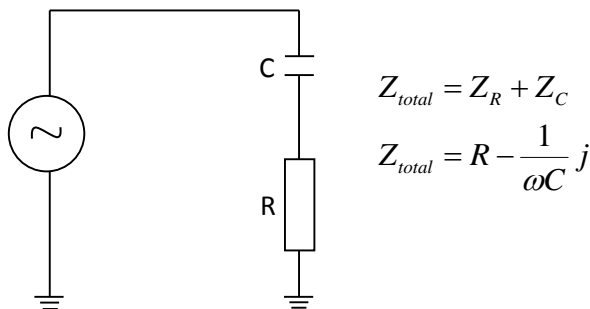
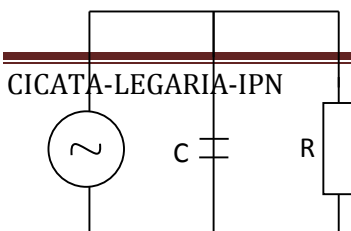


fig.3 Circuito eléctrico RC en serie

La impedancia de elementos que estén en paralelo es igual a uno sobre la suma de los recíprocos de las impedancias de los elementos (ver fig4.)



$$Z_{total} = \frac{1}{\frac{1}{Z_R} + \frac{1}{Z_C}} \quad \text{con } \tau = RC$$

$$Z_{total} = \frac{R(1 - j\omega\tau)}{1 + \tau^2\omega^2}$$

$$Z_{total} = \frac{R}{1 + \omega^2\tau^2} - \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} j$$

fig.4 Circuito eléctrico RC en paralelo

En estos ejemplos teóricos se observa la forma compleja de la impedancia del circuito. Llamaremos Z' a la parte real y Z'' a la imaginaria, de tal forma que se llega a una solución general simplificada para circuitos equivalentes que tienen dos o más elementos:

$$Z_{total} = Z' - Z''j$$

Esto se representa gráficamente mediante un vector de posición en el plano complejo. Donde la parte real de Z_{total} , está en la horizontal y la parte imaginaria está en a lo largo del eje de la vertical en la dirección negativa. Las gráficas de los circuitos anteriormente analizados quedan representadas en el cuarto cuadrante.

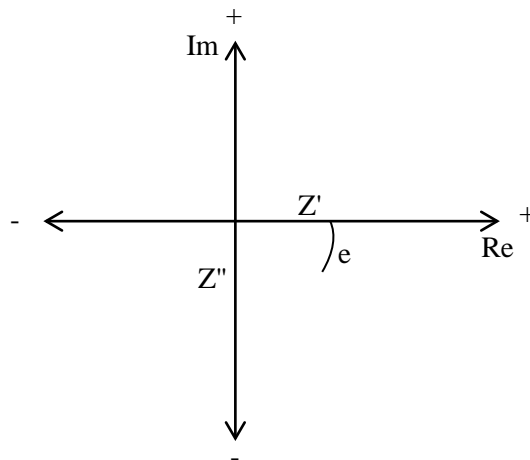


fig. 5 Vector de posición en el plano complejo con componentes

Z' y Z'' , Por trigonometría se tiene que el ángulo de fase

es: $\theta = \tan^{-1}(Z'' / Z')$ y módulo es $|Z_{total}| = [(Z')^2 + (Z'')^2]^{1/2}$.

La impedancia es por definición la cantidad compleja, y solo es real cuando $\theta = 0$ y cuando $Z_{total} = Z'$, lo cual ocurre para una resistencia simple e ideal. En este caso la impedancia es completamente independiente de la frecuencia.

Convencionalmente, la E.I. consiste en la medida de Z_{total} como función de la frecuencia (ν o ω) sobre un amplio rango de valores, es decir, se varía la frecuencia de la señal para un mismo circuito desde cero hasta un valor máximo, esto da como resultado que la gráfica del vector posición **fig. 5** sea un semicírculo en el sistema complejo coordenado **fig. 6**. Por ejemplo en el sistema resistivo-capacitivo en paralelo simple **fig. 5** las ecuaciones, como ya se mostró, nos darán impedancias totales con una parte real positiva ($Z' > 0$) y una parte imaginaria negativa ($Z'' < 0$), y cuando se varíe la frecuencia para graficar Z' vs. Z'' se obtendrá un semicírculo en el cuarto cuadrante del sistema complejo coordenado. Note que de las ecuaciones, si $\omega = 0$ entonces $Z_{total} = R$ y si $\omega \rightarrow \infty$ entonces $Z_{total} \rightarrow 0$, esto hace que la grafica Z' vs Z'' **fig. 6** empiece en el lado derecho más alejado al origen del sistema de coordenadas y termine en el origen. Lo que representa un espectro típico de la impedancia eléctrica del sistema.

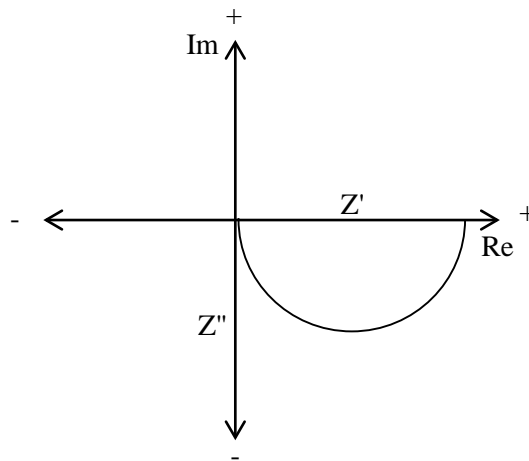


fig. 6 Espectro característico de una medición por EI

Cada sistema analizado presentará un espectro similar en forma, pero de diferentes características eléctricas. Hay otros parámetros que coincidan la forma de la curva, como incluso puede haber dos semicírculos acoplados representando a circuitos equivalentes dobles para sistemas heterogéneos.

DIAGRAMA DE NYQUIST (COLE-COLE)

Es también conocido como el plano complejo de impedancia. Es muy usual en la evaluación de datos de impedancia en sólidos. Este nos muestra la curva de la componente imaginaria Z'' contra la componente real de la misma Z' , la **figura 7** muestra la respuesta típica de un circuito. Nos permite evaluar los datos de la impedancia para todo el rango de frecuencias. La frecuencia alcanza su límite más alto al extremo izquierdo del semicírculo, mostrando el valor de la resistencia óhmica. En los límites más bajos de frecuencias, alcanza el valor de una resistencia pura, con un valor aproximado de $(R_{\Omega}+R_p)$ [5].

En el diagrama de Nyquist la capacitancia de la doble capa se puede calcular con la frecuencia correspondiente al tope máximo del semicírculo, ω ($\theta = \text{máx.}$), y conociendo R_p , así:

$$\omega = \frac{1}{CR_p}, \omega = 2\pi f$$

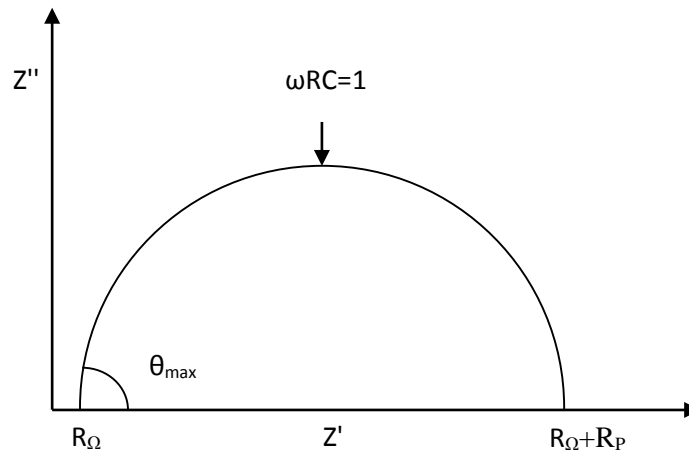


fig. 7 Diagrama de Nyquist o cole-cole de un dieléctrico ideal.

Alta frecuencia: $Z'' \rightarrow 0, Z' \rightarrow R_{\Omega}$

Baja frecuencia: $Z'' \rightarrow 0, Z' \rightarrow R_{\Omega} + R_p$

DIAGRAMA DE BODE

En estos diagramas (**figura 8**), el logaritmo de la impedancia ($\text{Log } |Z|$) y el desfase (θ) se grafican contra el logaritmo de la frecuencia ($\text{Log } \omega$), permitiendo así ver explícitos los valores de la frecuencia. Una ventaja de los gráficos de Bode es la posibilidad de detectar

las regiones que son dominadas por elementos resistivos tales como $R_{\Omega}+R_P$ en la que se observa una pendiente de cero y en las regiones dominadas por los elementos capacitivos para los cuales se observa una pendiente de -1. Este trazo, también permite ver un pico máximo a ω ($\theta = \text{máx.}$), la frecuencia a la que el desfase de la respuesta es máximo, la capacitancia de la doble capa, C_{DL} es :

$$\omega(\theta = \text{máx}) = \sqrt{\frac{1}{C_{DL} R_P}} \quad 1 + \frac{R_P}{R_{\Omega}}$$

Observe que R_P y R_{Ω} aparecen en esta ecuación, es fundamental para recordar que esta frecuencia no será la misma a la que el diagrama de Nyquist alcance su máximo [10].

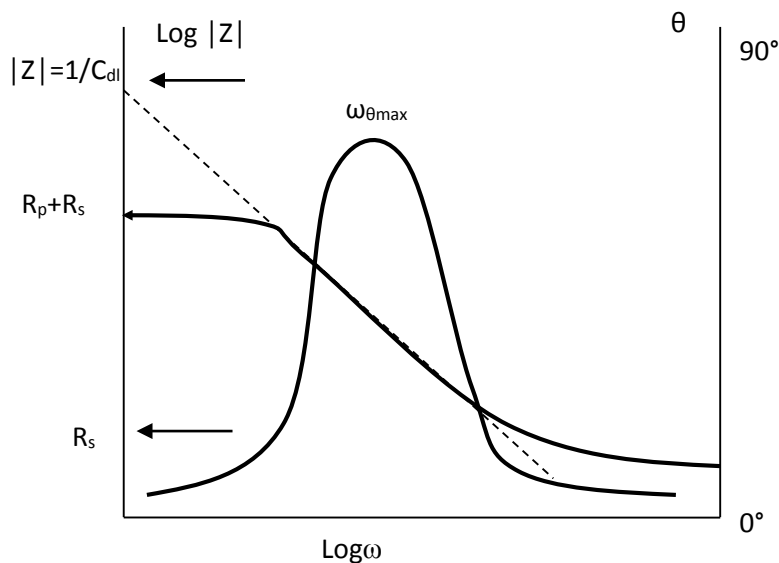


fig 8 Diagrama de Bode [D]

CALCULO DEL CIRCUITO EQUIVALENTE

Se analizan dos elementos de circuito, para los cuales se tiene la proporcionalidad directa con la impedancia; es decir: para la resistencia R , la impedancia es la misma resistencia R y para la capacitancia C , la impedancia es $1/j\omega C$ ($j = \sqrt{-1}$). Para los cuales se evidencia que la resistencia solo consta de una componente real y la capacitancia de una única componente imaginaria. Estos dos elementos conformarán a continuación un circuito RC.

Partiendo desde el principio que para un circuito RC, existe un único tiempo de relajación $\tau = RC$, para materiales no ideales se produce una distribución de tiempos de relajación, causando un achatamiento en el arco de la circunferencia y/o su centro se localiza bajo el eje real. En materiales cerámicos dieléctricos, donde hay más de una fase (grano y límite intergranular), se observan arcos sucesivos o solapados (fig.9), dependiendo del grado de diferencia microestructural entre las fases y de la homogeneidad de cada una de ellas. Así un material dieléctrico puede asimilarse a uno o varios circuitos RC paralelos ubicados en serie.

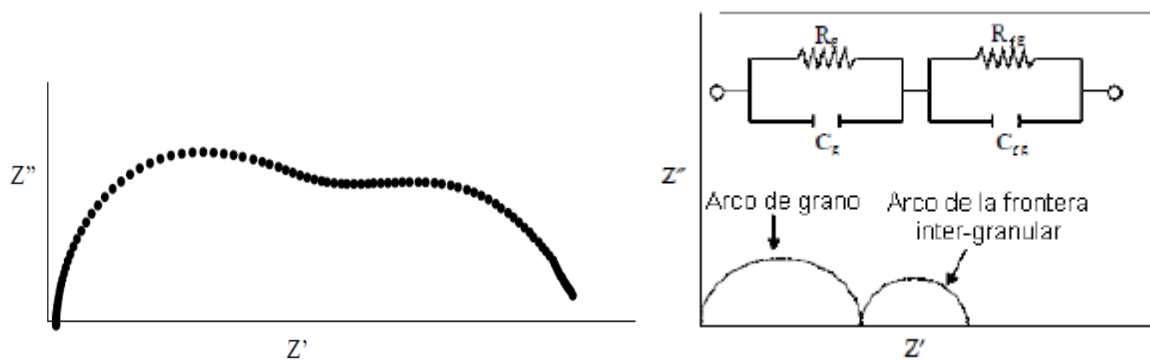


fig 9 a. Diagrama cole-cole de un dieléctrico con una distribución de tiempo de relajación. b. Circuito equivalente típico que representa la fase granular e intergranular [10].

La representación de la impedancia en el plano complejo permite ajustar matemáticamente con una circunferencia los arcos obtenidos de la medición, y calcular la conductividad a partir de la intersección de la misma con el eje real. Si los resultados corresponden a una distribución de tiempos de relajación para una fase dada, es posible obtener valores promedio de la conductividad de dicha fase. El solapamiento de los arcos es la principal fuente de error en el cálculo de la conductividad por este método, influye en mayor cantidad sobre arcos con menor definición, proporcionando errores con un porcentaje alto en la medición.

Para cada conjunto de datos, existe la posibilidad de múltiples circuitos equivalentes, sin embargo, solo uno tiene sentido para la distribución eléctrica de la muestra. Al analizar la figura 9, esta nos proporciona un circuito equivalente formado por dos circuitos RC en paralelo ubicados en serie.

Un caso más general de un modelo de circuito equivalente presenta un dispositivo llamado elemento distribuido o elemento de fase constante (CPE) como se representa en la figura 10 y 11. Esto representa un elemento capacitivo con una reactancia de la forma:



$$Z_c = \frac{1}{(j\omega)^{1-\alpha} C_T}$$

fig. 10 Representación esquemática de Cp.

Donde ω es la frecuencia angular de la corriente alterna que pasa por el elemento y α es un parámetro libre asociado con la distribución volumétrica de la trayectoria eléctrica que aparece en una muestra real, este hecho nos lleva a una distribución de la constante de tiempo real, este hecho nos lleva a una distribución de la constante de tiempo alrededor de un valor promedio. C_T es una propiedad efectiva de la muestra. La función teórica de un CPE, conectado en paralelo con una resistencia R_p , y ambos en serie con un resistor R_s resulta como en la figura 11.

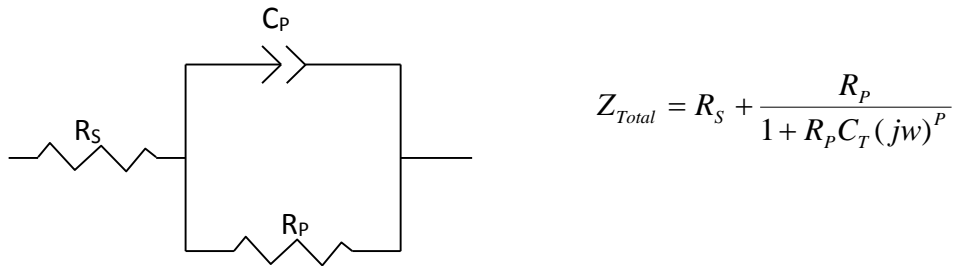


fig. 11 Representación del modelo Cole-cole

De la ecuación se nota que para el caso de $p = 1$ el elemento C_T es un capacitor ideal y presentará solo una constante de tiempo. La ecuación anterior generaliza el modelo de un circuito RC en paralelo en un estudio de E.I. en el cual las graficas en el plano complejo forman familias de semicírculos siendo estas graficas representativas con el modelo cole-cole. El tipo de graficas como la fig. 6 se obtienen con el software del equipo; el ZPLOT grafica los datos enviados por una interface del SOLARTRON a la PC, y a partir de la

respuesta del sistema material-electrodo son analizadas por el software ZVIEW. Las graficas se muestran en el primer cuadrante sólo por cuestión de fácil lectura.

En la ventana del programa ZPLOT se despliega la gráfica de Z' vs. Z'' en donde se observan los valores que van capturando mientras se corre el espectro [6]. Es una visualización casi inmediata de los resultados y puede apreciarse si los datos están siendo tomados correctamente. También se va graficando el comportamiento del módulo de la impedancia total respecto a la frecuencia y del ángulo de fase con la frecuencia (fig11).

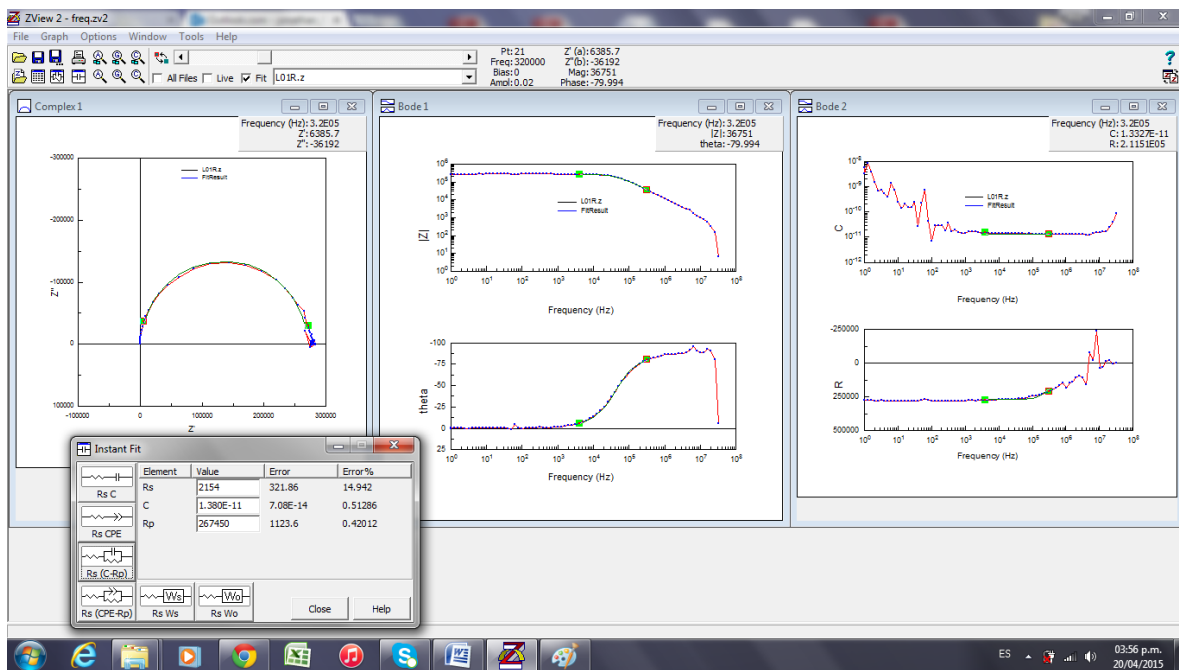


fig 11 Programa Zview para la captura de respuesta del módulo de la impedancia total respecto a la frecuencia.

El siguiente paso es determinar los parámetros de la muestra, esto es: una muestra analizada por El que represente este tipo de grafica se describe en términos de un circuito equivalente RC ya sea en serie o en paralelo (como los descritos anteriormente) o en combinación de ellos, en consecuencia el programa tiene 6 opciones básicas de circuitos RC para que el usuario elija una (fig 12) [7].

d. EFECTO HALL

El efecto Hall fue descubierto en 1879 por el físico estadounidense Edwin Herbert Hall, debido a las características (inherente) electromagnética mientras realizaba casualmente un montaje eléctrico en su tesis doctoral en física. El efecto Hall consiste en la aparición de un campo eléctrico en un conductor cuando es atravesado por una corriente estando dentro de un campo magnético. A este campo se le llamó campo Hall. El experimento se basó en sus inicios por una placa emplazada en un campo magnético β perpendicular a su superficie, al ser atravesada por una corriente eléctrica I en la dirección del eje x , en la cual se generaba un diferencial de potencial V_H en la dirección del eje y . La determinación cuantitativa de éste fenómeno se efectúa a través de la resistencia Hall R_H definida como la relación entre el voltaje Hall V_H y la intensidad de la corriente I .

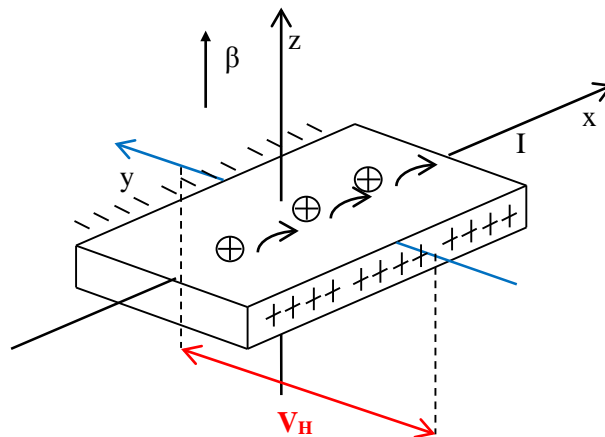


fig. 1 Ejemplo efecto Hall.

La diferencia de potencial V , genera una corriente I en la dirección positiva del eje x . La resistencia óhmica ordinaria es V/I . Un campo magnético β en la dirección z desplaza los electrones en la dirección positiva del eje y y esto genera un *potencial Hall* (V_H) y una *resistencia Hall* (V_H/I) en la dirección y y la resistencia Hall R_H depende del campo magnético β y la densidad superficial p de portadores de carga eléctrica e a través de la relación de la ecuación 1 donde c es la velocidad de arrastre de las cargas libres[8-9].

$$R_H = \frac{V_H}{I} = \frac{\vec{\beta}}{\rho \cdot e \cdot c}$$

Se realizaron pruebas de efecto Hall con el mismo material el del MgO en polvo y con sus mismas características mostradas en las graficas de DRX.

REFERENCIAS

- [1] Polk, Postow, Handbook of Biological of Electromagnetic Fields, Ed. CRC Press, N.Y.,1998
- [2] John R. Scaly, David C. Silverman, and Martin W. Kending, Impedance Electrochemical, Analysis and Interpretation, Ed STP 1188 ASTM, 1996
- [3] Nuñez, Peláez, Electroquímica electrodoica: Estudio de los electrodos en equilibrio, Ed. IPN.
- [4] Ferrero-Saiz-Arnau, Bioelectrónica: Señales bioeléctricas, Ed. Universidad Politécnica de Valencia
- [5] Hernández Marla, Perovskitas y sus propiedades eléctricas, I. D., México.
- [6] Allen-Cleary-Hawkrige, Charge and Field Effects in Biosystems-2. Ed. Plenum press.
- [7] STRUCTURAL PROPERTIES AND IMPEDANCE SPECTROSCOPY OF STANATE PEROVSKITE TYPE (Ba,Sr)SnO₃, Javier Alonso Cuervo Farfán, Universidad Nacional de Colombia Tesis de Maestria, 2011.
- [8] CINÉTICA Y DINÁMICA MOLECULAR QUÍMICA. Ángel Gómez Ureña. Ed. Eudema Universidad. 2001.
- [9] FISICOQUÍMICA. Levine, I. N. McGraw-Hill. 1991
- [10] M.C. Reyes, Trabajo de grado, Síntesis de la perovskita La_{0,7}Sr_{0,3}MnO₃ y caracterización de su resistividad eléctrica en presencia de monóxido de carbono, Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Física. 2005.

CAPITULO 3

DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES TÉRMICAS Y ELÉCTRICAS EN MGO

a. HW aplicado al MgO y comparación con los resultados del Sistema de Flujo de Calor Radial

La técnica de alambre caliente es una técnica de absoluta, no estacionario y directa para determinar los parámetros térmicos en una variedad de muestras. Su primera aplicación práctica estaba en la medición de la conductividad térmica en los líquidos, y luego se utilizó en la cerámica y otros materiales en forma de sólido y polvos también. Hoy en día, el método de hilo caliente se considera un procedimiento eficaz y preciso para la determinación de la conductividad térmica de una amplia gama de materiales [1].

$$\Delta T \approx \frac{q}{4\pi k} \left\{ \ln \left(\frac{4\alpha t}{r^2 e^\gamma} \right) + \frac{r^2}{4\alpha t} \right\}; \quad 1 < t < t_c$$

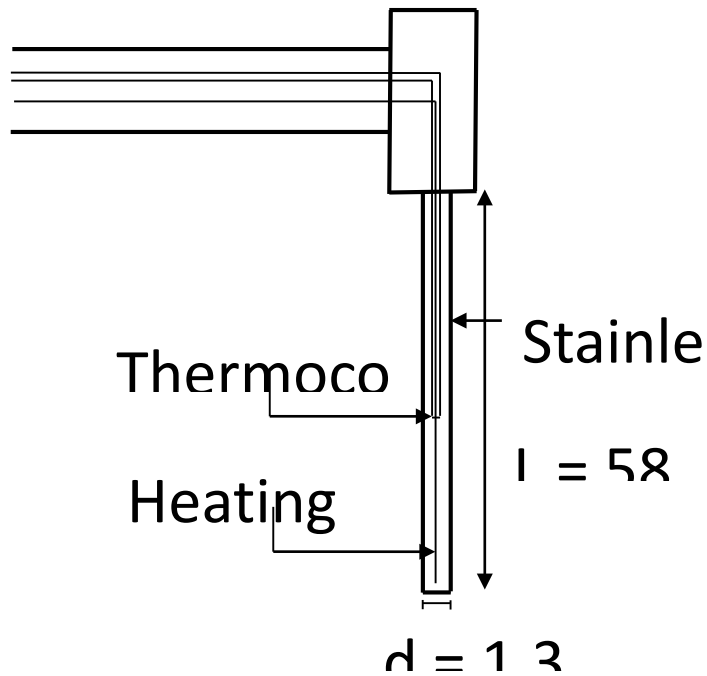


fig 4.1. Hot wire sensor KS-1, una Punta.

Muestras.

Las muestras de MgO B es a 6 cm de diametro y las muestras de MgO C es a 2.5 cm de diametro. Las dos muestras son MgO en polvo con una distribución de tamaño de grano de 104-211 μm que pertenecen al grupo M2 [2].

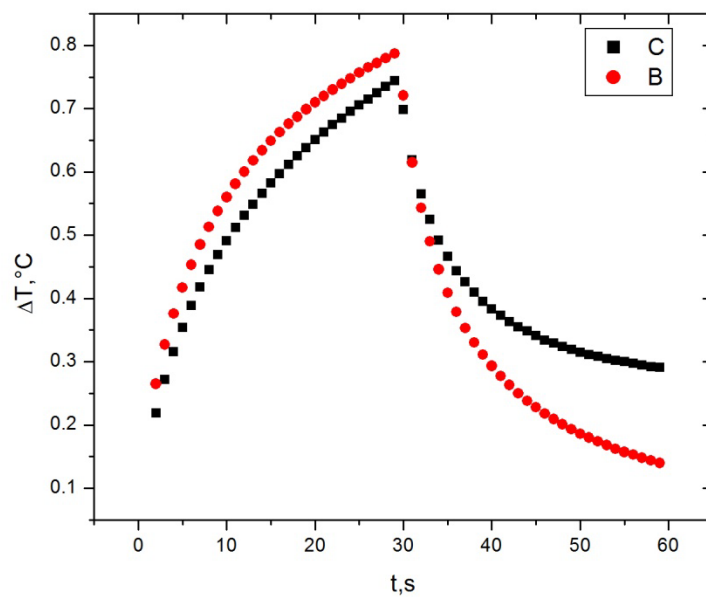


Fig. 4.2 ΔT vs t de una muestra de MgO en un recipiente de 2.5cm y 6 cm de diametro.

Tabla 4.1 Resultados de conductividad térmica K a temperatura ambiente.

Sensor	K	T	Sample ID	Power	Current
	W/(mK)	°C	MgO	W/m	amps
KS-1	0.270 ± 0.03	23.9	M2-B(104-211)	0.760	0.028
KS-1	0.210 ± 0.03	23.9	M2-C(104-211)	0.600	0.024

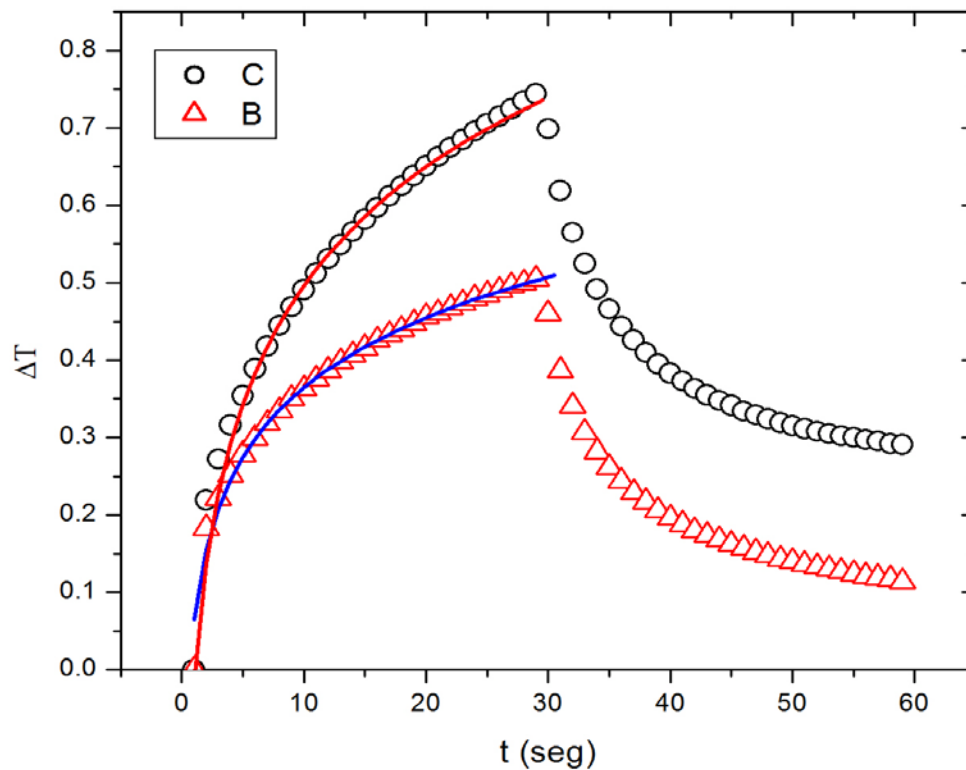


Fig.4.3 Data adjust of Magnesium Oxide M1-B (B) and M2-B (C)

(104-211 μm)

Tabla 4.2. Thermal conductivity MgO, M1 y M2

Sensor	K	T	Sample ID	Power	Current
--------	---	---	-----------	-------	---------

	W/(mK)	°C	MgO	W/m	amps
KS-1	0.274 ± 0.012	25.2	M1-C(211-280)	0.590	0.024
KS-1	0.375 ± 0.011	23.8	M1-B(104-211)	0.570	0.024
KS-1	0.210 ± 0.008	23.9	M2-B(104-211)	0.600	0.024
KS-1	0.319 ± 0.010	23.2	M2-C(53-74)	0.590	0.024
KS-1	0.349 ± 0.011	24.2	M2-D(43-53)	0.580	0.024

Tabla 4.3 Phases Analysis Quantitative for samples M1 y M2, weight percentage EDS-SEM.

Samples M1	Size (µm)	O	Mg	Ca	Si	C
M1 C	211-280	41.05	44.83	0.86	0.46	12.81
M1 B	104-211	41.69	49.74	0.74	0.41	7.42

Samples M2	Size (µm)	O	Mg	Al	Ca	Si	Cu	Pt	Zn	Zr	C
M2 B	104-211	42.67	34.90	0.32	0.50	3.39	-	-	-	9.34	8.87
M2 C	53-74	42.22	42.26	0.22	0.64	1.30	-	-	-	3.16	10.10
M2 D	43-53	39.01	43.31	0.82	0.56	1.43	0.78	2.95	0.82	-	10.33

Las muestras de MgO en polvo empleadas tienen una composición química con la presencia de zirconio, el análisis de DRX muestra un compuesto de SiZrO₄.

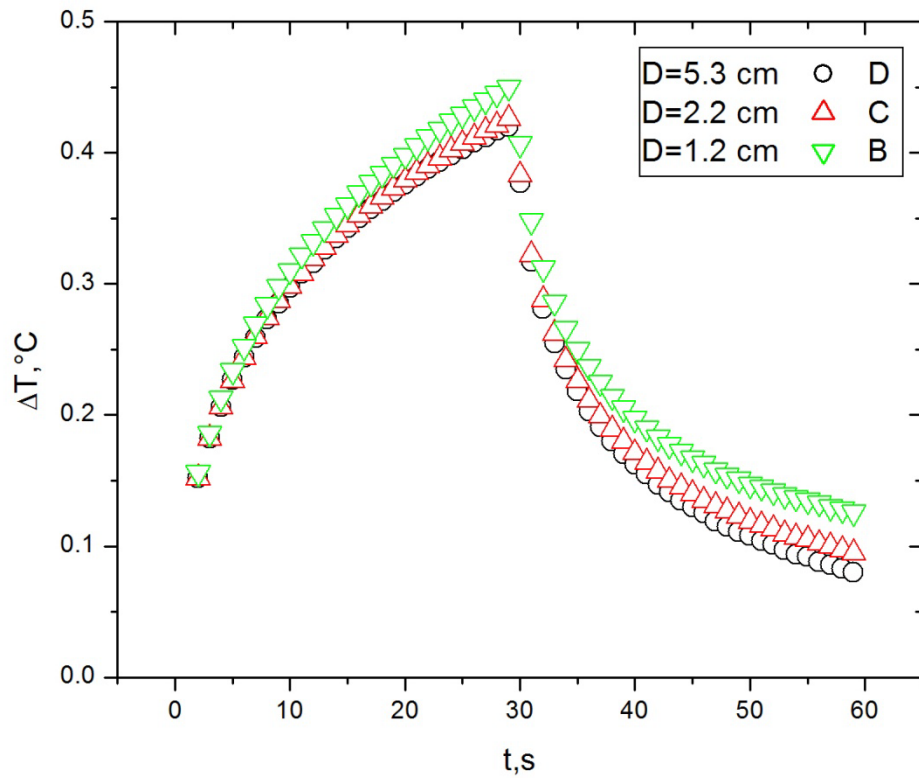


fig. 4.4 Medición de glicerina a diferentes diámetros.

Tabla 4.4. Mediciones de Glicerina.

Sensor	K	T	Sample ID	Power	Current
	W/(mK)	°C	MgO	W/m	amps
KS-1	0.293	22.5	Glycerin D=1.2 cm	0.630	0.025
KS-1	0.300	22.6	Glycerin D=2.2 cm	0.620	0.025
KS-1	0.298	22.0	Glycerin D=5.3 cm	0.620	0.025

b. Impedancia eléctrica en MgO y estudios de composición.

EFFECTO HALL

Para este experimento se procedió a formar pastillas de MgO con un aglomerante compuesto por alcohol polivinílico en polvo con agua formando una solución a una temperatura entre 35-50°C, una vez obtenida la solución la proporción empleada para formar las pastillas de MgO fueron entre 2-3 gotas en la muestra y con un mortero de ágata para que quede distribuida uniformemente la solución en el polvo de MgO. Una vez obtenida la consistencia deseada se procede a hacer las pastillas con espesores entre 1.2-1.3 mm mediante una empastilladora manual. Posteriormente se les da un tratamiento térmico respectivo a una temperatura aproximada a 100 °C por un par de horas para evaporar el alcohol polivinílico y luego realizar el montaje como se muestra en la fig. 1 para el experimento de Efecto Hall.

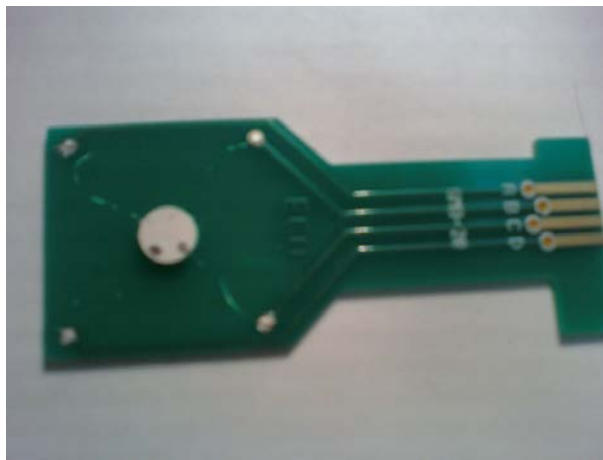


Fig 1. Montaje para la medición de Efecto Hall. Pastilla de MgO muestras M1 y M2.

Tabla 1. Resultados del Efecto Hall.

Muestra		Temp=77k		
M1				
D [μm]	I [nA]	Conductivity [$1/\Omega\text{cm}$]	Mobility [cm^2/Vs]	Resistivity [$\Omega\text{ cm}$]
1220	40	2.707E-8	4.169	36950000
1220	40	3.281E-8	10.06	30480000
1220	35	2.905E-8	10.99	34420000
1220	30	2.54E-8	21.3	39360000
Muestra		Temp=77k		
M2				
1220	25	2.581E-8	0.9392	38740000
1220	35	2.94E-8	2.462	34020000
1220	40	3.36E-8	1.994	29760000

En primera instancia realizamos un análisis con Efecto Hall las muestras de Oxido de Magnesio en polvo para las muestras M1 y M2. Los resultados indican que el oxido de Magnesio tiene una resistividad muy alta lo cual es difícil establecer su verdadero valor y por ello se lleva a cabo espectroscopia de Impedancia.

Espectroscopia de Impedancia

Con el oxido de magnesio en polvo nos vimos en la necesidad de formar pastillas de este material para poder realizar las pruebas de impedancia eléctrica mediante un equipo de respuesta en frecuencia SOLARTRON .

La cualidad de que tienen estas muestras de MgO son su alta conductividad térmica y su baja conductividad eléctrica que en la prueba de Efecto Hall se corrobora esta propiedad lo que nos indica que será necesario emplear temperatura para poder activar el transporte iónico y así determinar el comportamiento de la conductividad eléctrica.

Se utilizo dos tipos de muestras diferentes de Oxido de Magnesio en polvo con composición química distinta mostrada en los EDS. Las muestras tipo M1 que solo presentan en su análisis de EDS y DRX la fase del óxido de magnesio mientras que las muestras tipo M2 presentan además de la fase del oxido de magnesio también la del silicato de zircón ($ZrSiO_4$) y mas impurezas mostradas en las gráficas de DRX.

El procedimiento fue el siguiente:

- Preparación de MgO en pastilla usando Aglomerante Alcohol Polivinílico (el mismo procedimiento en las pruebas de Efecto Hall).
- Tratamiento Térmico.
- Montaje en el Equipo (Fig. 1 y 2).
- Medición en intervalos de 25°C. (275-500)°C



Fig 1. Montaje experimental para la impedancia eléctrica.

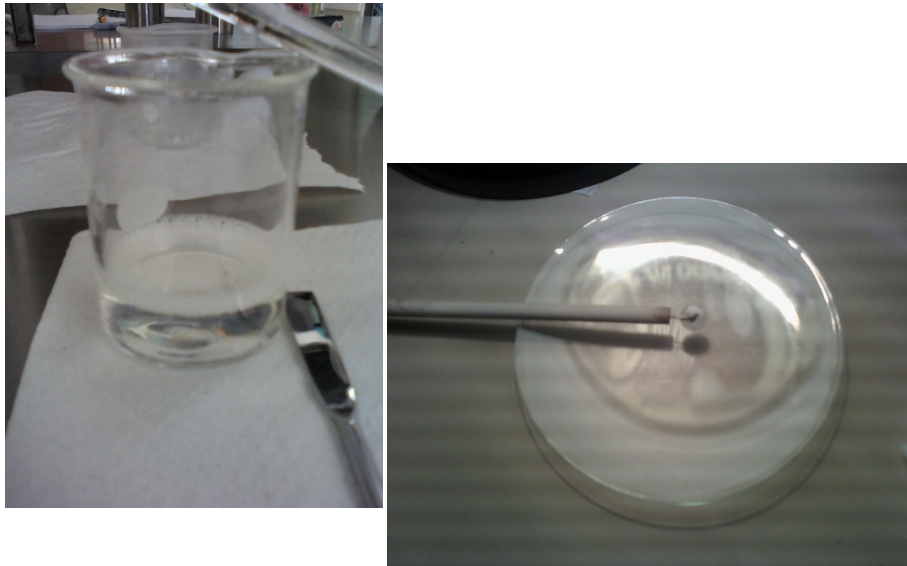


fig 2. Preparación de las pastillas de MgO con alcohol polivinílico y montaje



fig 3. Equipo y procedimiento de Medición.

Serie de Curvas de dispersión de la frecuencia obtenidas para el MgO a diferentes temperaturas, Temperatura de Medida c/25°C de 275°C – 500°C .

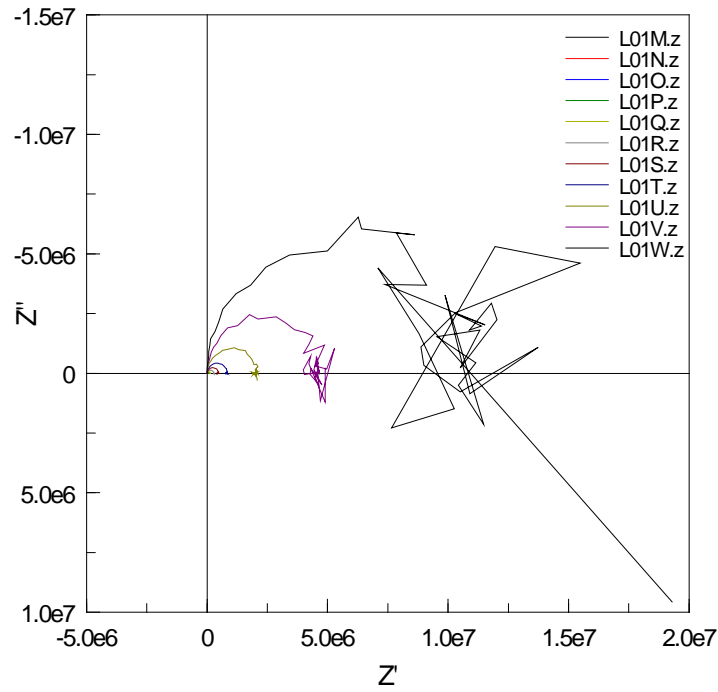


fig. 5 Respuesta en frecuencia a diferentes temperaturas
L01W-275°C, L01V-300°C, L01U-325°C, L01T-350°C.

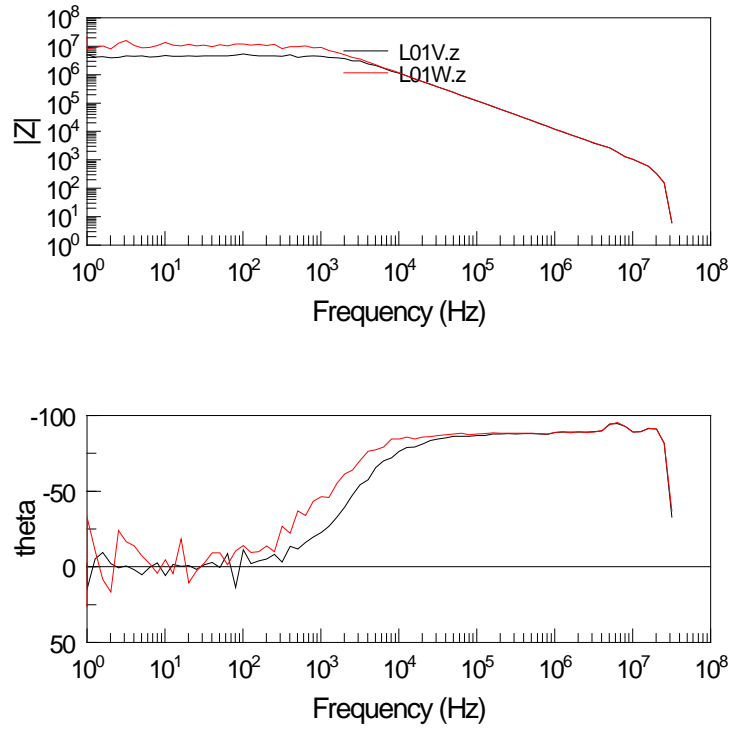


fig. 6 Respuesta en frecuencia a diferentes temperaturas.

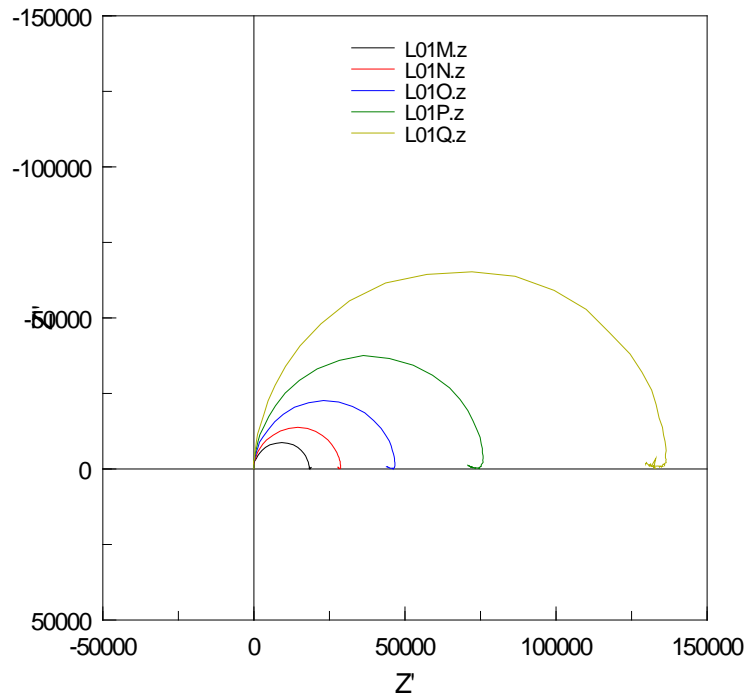


fig. 7 L01Q- 325°C, L01P-350°C, L01O-375°C, L01N 400°C, L01M425°C.

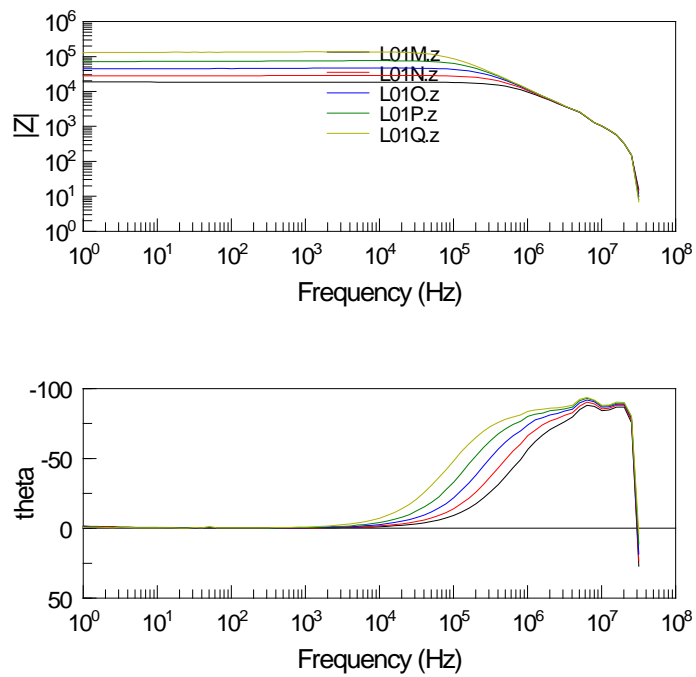


Fig. 8 Respuesta en frecuencia muestras M a diferentes temperaturas.
Temperatura de Medida c/25°C de 275°C – 500°C

Para determinar el comportamiento de la conductividad eléctrica σ del MgO con la temperatura, se graficó $\ln \sigma$ en función de $1000/T$. Dado que la conductividad σ es inversamente proporcional a la resistencia de la muestra R , donde la constante de proporcionalidad ϕ es un factor geométrico definido como el cociente entre el espesor de la muestra y el área cubierta por la pasta de plata de una de las caras, por lo tanto [6]:

$$\sigma = \frac{\phi}{R}$$

Los valores de la resistencia R se calculan directamente de las curvas de dispersión, donde R es justamente el diámetro de cada una de los semicírculos para una temperatura determinada. Los resultados para cada una de las muestras estudiadas se muestran en las figuras siguientes en las cuales se observa que las graficas cumplen el comportamiento lineal de arrhenius [7] en dos intervalos de temperaturas. Por lo que, en cada unos de dichos intervalos de temperatura el proceso de conducción se ajusta a una ecuación exponencial del tipo de arrhenius, de la forma:

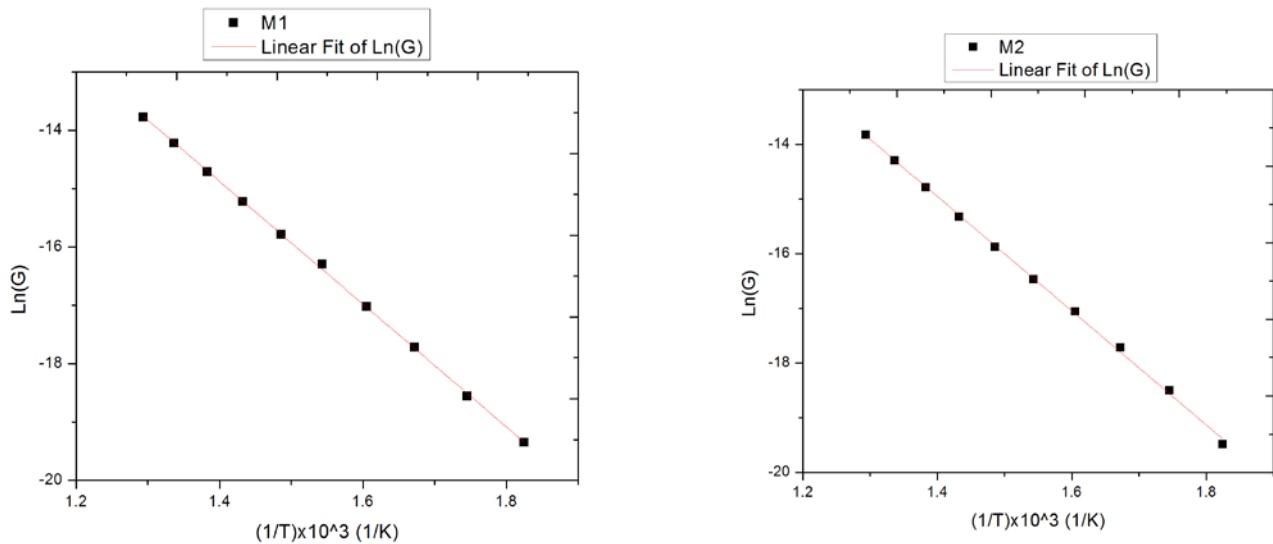


fig 3. Graficas del comportamiento lineal de arrhenius para las muestras M1 y M2 respectivamente.

$$\sigma = Ae^{\left(\frac{-\Delta E}{KT}\right)}$$

$$\Delta E = K * m * N_A \text{ (Jul/mol)}$$

M1 ΔE	M2 ΔE
87.4	86.8

La energía de activación E_a está relacionada con la barrera de energía que deben superar los reactivos para transformarse en productos, por lo que un valor elevado de la misma provoca un valor reducido de σ . Se observa que las energías de activación en proporción a las impurezas presentes en M2 reducen un 0.7 % de las muestras M1, el comportamiento de estas siguen una linealidad respecto al incremento de la temperatura. Cabe recalcar que este material de óxido de magnesio estará trabajando a altas temperaturas en dispositivos disipadores de calor, es por ello que la experimentación se llevo a realizar hasta los 500°C en el caso de la espectroscopía de impedancia ya que en trabajos anteriores donde se estudió las propiedades térmicas a altas temperaturas llegando a los 950°C e incluso a los 1025°C[2-4].

ESTUDIOS DRX

Para las muestras M1 y M2 también se hicieron DRX para confirmar el tipo de MgO con el que estábamos trabajando y caracterizar de acuerdo a sus impurezas mediante EDS analizando su composición química.

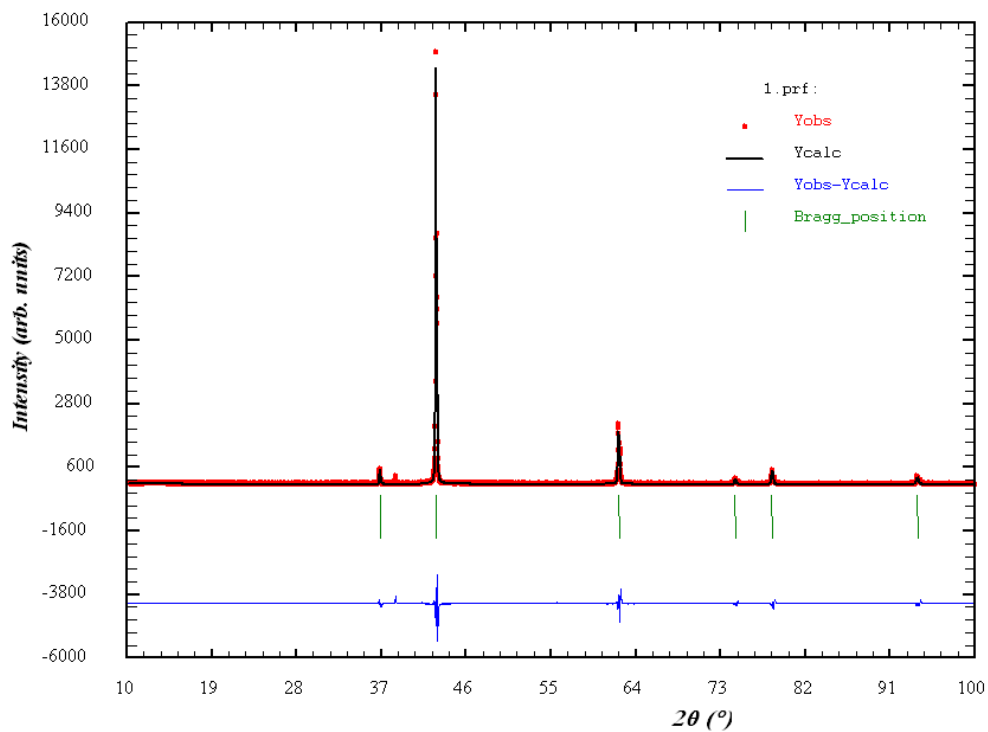


fig. 8 DRX de las muestras M1

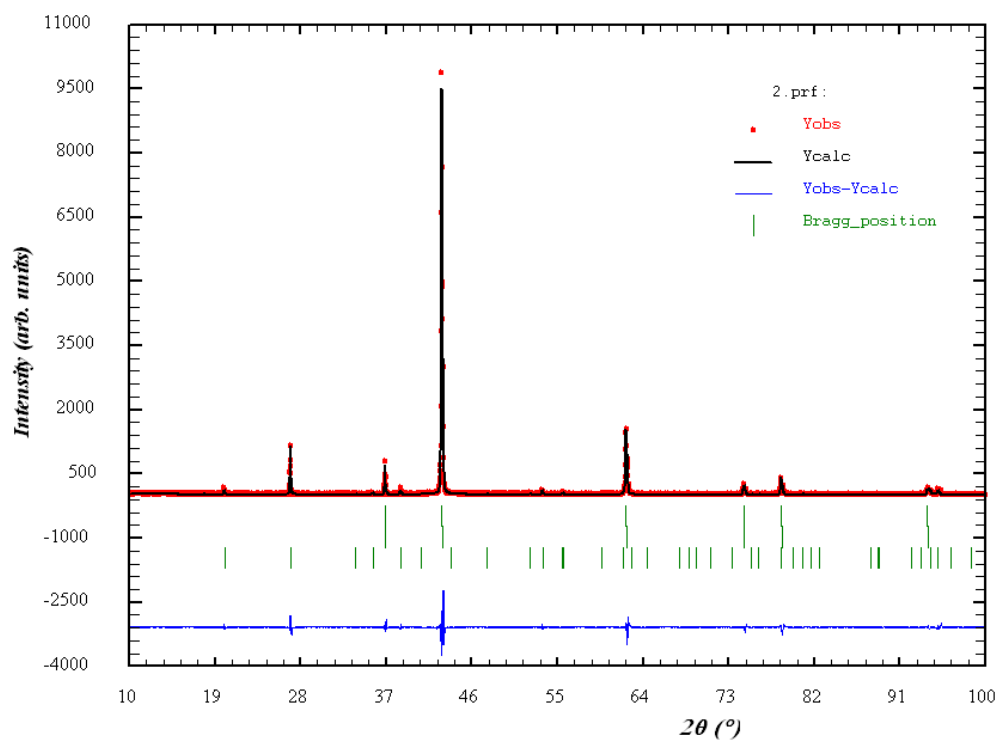


fig. 9 DRX de as muestras M2

El análisis en las muestras del grupo M1 tuvo menor complicación debido a que el MgO aparece solo con una fase cristalina. Para las muestras del grupo M2 se complicó un poco el análisis ya que en principio se determinó la presencia de MgO pero en un análisis más a detalle apareció un débil corrimiento en la fase del MgO, esto debido a que el Zr (zircón) interactúa con el oxígeno y el silicio formando ZrSiO₄ (silicato de zirconio) lo cual se puede apreciar en los difractogramas correspondientes a estas muestras. Cabe recalcar que el material fue adquirido y no se realizó la sinterización, el 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. Las figuras 3.7-3.10 muestran los difractogramas correspondientes.

Tabla. 3.3. Análisis Cuantitativo de fases para las muestras M1, Porcentaje en peso, usando EDS-SEM

Grupo	Tamaño	O	Mg	Ca	Si	C
M1	(μm)					
M1-A	211-280	41.05	44.83	0.86	0.46	12.81
M1-C	74-104	41.69	49.74	0.74	0.41	7.42
M1-D	53-74	41.46	45.72	0.53	0.27	12.02
M1-E	43-53	41.55	47.86	0.80	0.87	7.42

Tabla. 3.4. Análisis Cuantitativo de fases para las muestras M2, Porcentaje en peso, usando EDS-SEM

Grupo	Tamaño	O	Mg	Al	Ca	Si	Cu	Pt	Zn	Zr	C
M2	(μm)										
M2-A	211-280	42.67	34.90	0.32	0.50	3.39	-	-	-	9.34	8.87
M2-B	104-211	42.22	42.26	0.22	0.64	1.30	-	-	-	3.16	10.10
M2-D	53-74	39.01	43.31	0.82	0.56	1.43	0.78	2.95	0.82	-	10.33

De la Tabla 3.3 se sigue que, para el grupo de muestras M1, el oxígeno y el magnesio constituyen el material dominante, con porcentajes entre el 85.9 y el 91.4%. El carbono

aparece en una cantidad apreciable que va del 7.4 al 12.8 %, en tanto que la presencia de calcio y silicio es despreciable en cantidades inferiores al 1%.

En relación al grupo de muestras M2, de la Tabla 3.4 se sigue que el oxígeno y el magnesio aparecen en porcentajes que van del 77.6 al 84.5 %, el carbono que va del 8.9 al 10.3%. El Zr aparece en un tamaño de grano arriba de 104 μm , siendo del 3.2 para 104-2011 μm y llegando hasta 9.34% para tamaños por encima de las 211 μm . Caso contrario ocurre con el Pt, que aparece en concentraciones del 3%, solo para las muestras con tamaño de grano en el rango de 53 a 74 μm . También se tiene la presencia de Si con concentraciones de 1.3 a 3.4% y cantidades despreciables de Al, Ca, Zn y Cu inferiores al 1%.

REFERENCIAS:

- [1] H. S. Carslaw and J. C. Jeager, Conduction of heat in solids. Second edition, Clarendon press-Oxford, New York, 2000.
- [2] Jonathan Felix Guarachi Solano, Tesis de Maestría, determinación de la conductividad térmica en polvos aislantes térmicos de MgO a alta temperatura: efecto de la distribución del tamaño de grano e impurezas, CICATA-IPN, México D.F. Agosto de 2011.
- [3] Wilson Nunes dos Santos, J. European Ceramic Society 28 (2008) 15-20.
- [4] G. Peña Rodríguez, A. Calderón, R. A. Muñoz Hernández y A. Florido, Superficies y Vacío 14, 44-48, (2002).
- [5] Microstructure and Thermal diffusivity of ceramic powders, International Journal of ternophysics, vol 28, 1646-16528 (2007) G. Peña Rodríguez, J.A.I. Diaz Gongora, R. A. Muñoz H, J.L. Fernandez M, E. Marin, and A. Calderón
- [6] CINÉTICA Y DINÁMICA MOLECULAR QUÍMICA. Ángel Gómez Ureña. Ed. Eudema Universidad. 2001.
- [7] FISICOQUÍMICA. Levine, I. N. McGraw-Hill. 1991

CAPITULO 4

LA TÉCNICA HOT WIRE

a. Extensión del modelo

Bases teóricas

Con la técnica hot wire las propiedades térmicas del material en estudio se determinan ajustando los datos ΔT vs t durante el proceso de calentamiento de acuerdo a la expresión [eq.(5) p.261 Carslaw]:

$$\Delta T = -\frac{q}{4\pi k} E_i\left(-\frac{r^2}{4\alpha t}\right) ; 0 < t < t_c \quad (1)$$

donde q es la razón lineal de disipación de calor por la fuente (W/m), t_c es el tiempo de calentamiento y E_i es la integral exponencial dada por [eq.(55.174) p.350 Arfken]:

$$E_i(x) = \int_{-\infty}^x \frac{e^u}{u} du ; x \neq 0 \quad (2)$$

Al integrar la serie de Taylor de e^u/u se obtiene la siguiente representación en serie de $E_i(x)$:

$$E_i(x) = \gamma + \ln|x| + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{x^n}{nn!} ; x \neq 0 \quad (3)$$

Donde $\gamma=0.57721566\dots$ es la constante de Euler.

De (2) y (3), se sigue:

$$-E_i(-x) \approx -\gamma - \ln|x| + x - \frac{1}{4}x^2 + \frac{1}{18}x^3 - \frac{1}{96}x^4 + \dots ; \quad x \neq 0 \quad (4)$$

La fig. 1 muestra la curva de:

$$y(x) = -\gamma - \ln|x|,$$

$$y_1(x) = -\gamma - \ln|x| + x,$$

$$y_4(x) = -\gamma - \ln|x| + x - \frac{1}{4}x^2 + \frac{1}{18}x^3 - \frac{1}{96}x^4,$$

Por comparación se observa una aproximación significativa de y_1 a $-E_i(-x)$ para bajos valores de x .

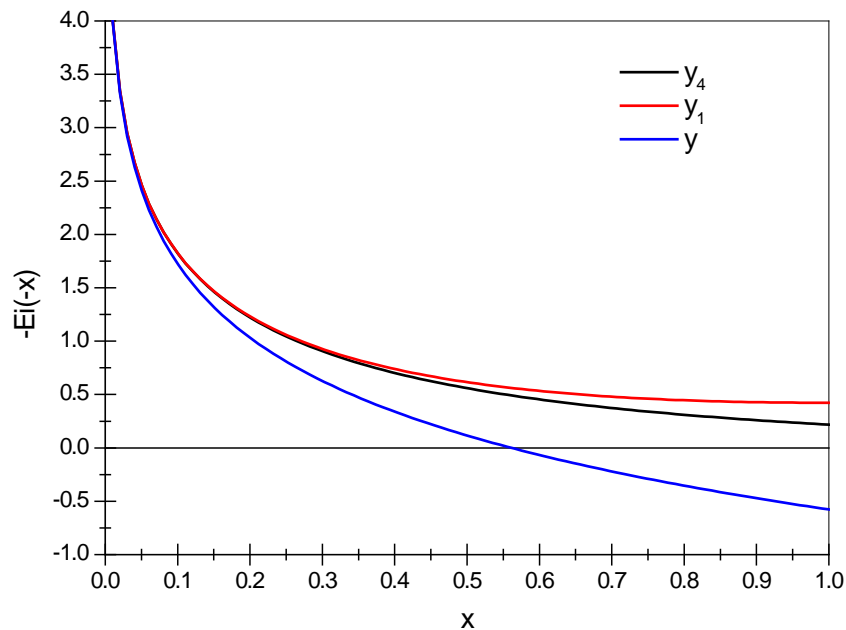


Fig. 5.1 Gráficas de $-E_i(-x)$ y sus aproximaciones en serie de potencias.

En la figura 2 se muestra el error porcentual entre las gráficas de y_4 y y , así como las de y_4 y y_1 . Se observa que el error porcentual para $y(x) = -\gamma - \ln|x|$ es significativamente mayor que para $y_1(x) = -\gamma - \ln|x| + x$, de tal manera que en el primer caso se tiene $e\% < 1\%$ para

valores muy pequeños de x (<0.03), y en el segundo caso $e\% < 1\%$ para $x < 0.22$, esto es una diferencia de un orden de magnitud en x .

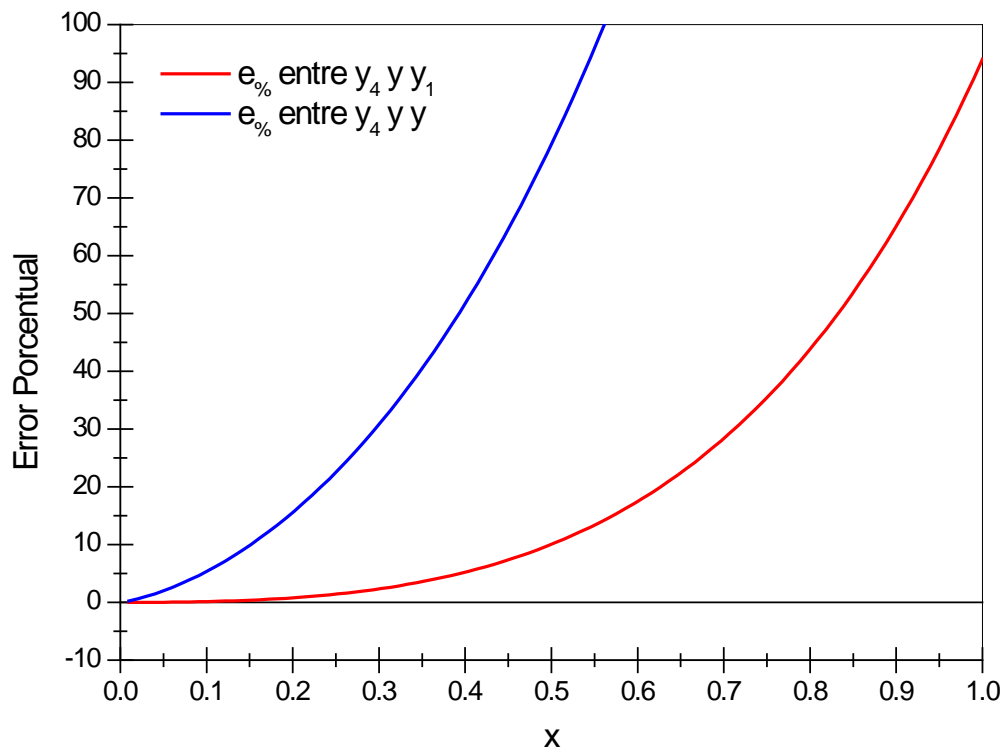


Fig. 5.2 Gráficas de los errores porcentuales entre $-E_i(-x)$ y sus aproximaciones en series de potencias.

Para $x < 0.22$, se tiene:

$$x = \frac{r^2}{4\alpha t} < 0.22 \rightarrow \alpha > \frac{r^2}{0.88t}$$

Con la sonda dual, se tiene $r=6\text{mm}$, por tanto,

$$\alpha > \frac{(6\text{mm})^2}{0.88t} = \frac{40.91\text{mm}^2}{t}$$

De esta manera, el modelo y_1 se puede usar con buena aproximación para materiales con valores de α tan pequeños como $41 \text{ mm}^2/\text{s}$ ($0.41 \text{ cm}^2/\text{s}$) cuando se ajusta desde $t=1\text{s}$, o de $2.73 \text{ mm}^2/\text{s}$ cuando se ajusta desde $t=15\text{s}$.

Con la sonda de una aguja, se tiene $r=0.64\text{mm}$, por tanto,

$$\alpha > \frac{(0.64\text{mm})^2}{0.88t} = \frac{0.46\text{mm}^2}{t}$$

De esta manera, el modelo y_1 se puede usar con buena aproximación para materiales con valores de α tan pequeños como $0.46 \text{ mm}^2/\text{s}$ ($4.6 \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$) cuando se ajusta desde $t=1\text{s}$, o de $0.031 \text{ mm}^2/\text{s}$ ($0.31 \times 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$) cuando se ajusta desde $t=15\text{s}$.

¡El valor mínimo de α decrece dos órdenes de magnitud para la sonda de una aguja en lugar de la dual!

Para la aproximación $y_1(x)$ de $-E_i(-x)$, la ecuación (1) toma la forma:

$$\Delta T \approx \frac{q}{4\pi k} \left\{ -\gamma - \ln\left(\frac{r^2}{4\alpha t}\right) + \frac{r^2}{4\alpha t} \right\} ; \quad 1 < t < t_c \quad (5)$$

Pero $-\ln(u)=\ln(1/u)$ y $\gamma=\ln(e^\gamma)$, por lo cual

$$\Delta T \approx \frac{q}{4\pi k} \left\{ \ln\left(\frac{4\alpha t}{r^2 e^\gamma}\right) + \frac{r^2}{4\alpha t} \right\} ; \quad 1 < t < t_c \quad (6)$$

La figura 4 muestra la grafica de la Ec. (6) en rojo y su comparación con la misma pero sin el termino $x=r^2/4\alpha t$. Es evidente que el no considerar este término conduce a desviaciones significativas, sobre todo a menores valores de t , lo cual puede originar desviaciones notables al ajustar a los datos experimentales.

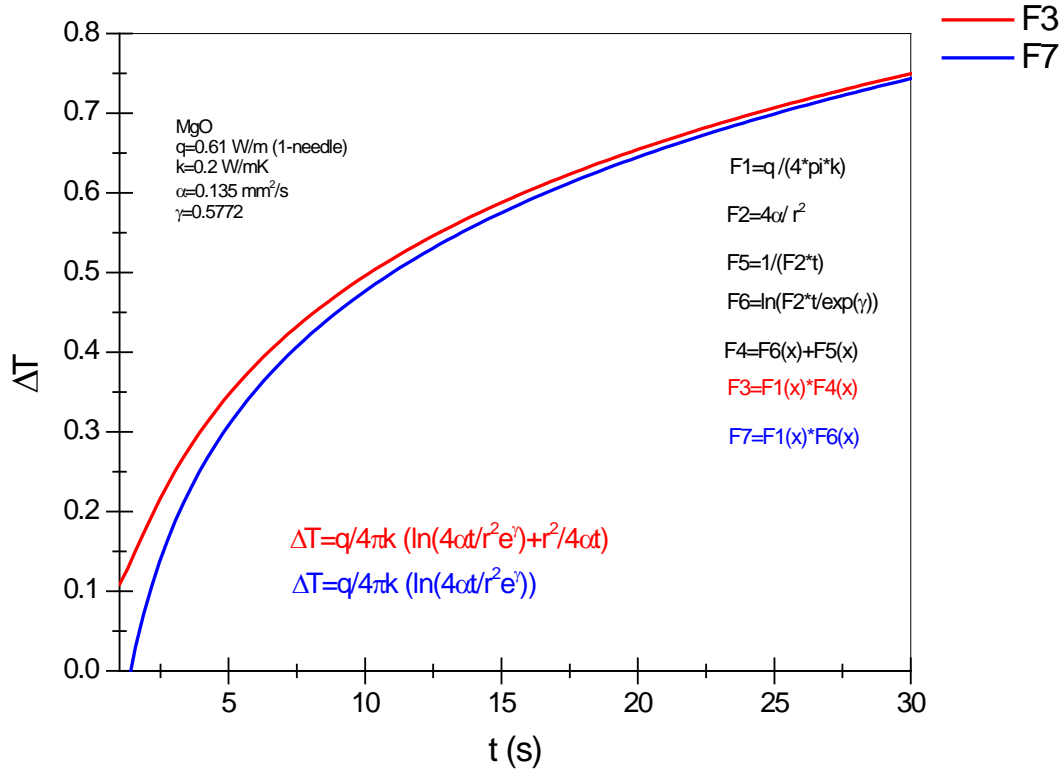


Fig. 5.3 Gráficas de ΔT vs t para la Ec. (6) completa, en rojo, y sin el término $x=r^2/4\alpha t$, curva azul.

Técnica Hot Wire: Modelo teórico par el proceso de enfriamiento

El proceso de enfriamiento también da la posibilidad de determinar las propiedades térmicas del material en estudio. El comportamiento de ΔT vs t esta dado por [eq.(x) p.26x Carslaw]:

$$\Delta T = -\frac{q}{4\pi k} \left[-E_i \left(-\frac{r^2}{4\alpha t} \right) + E_i \left(-\frac{r^2}{4\alpha(t-t_c)} \right) \right] ; t_c < t \quad (7)$$

donde t_c es el tiempo de calentamiento y E_i la integral exponencial dada por la Ec. (2).

$$\Delta T \approx -\frac{q}{4\pi k} \left[-\gamma - \ln \left(\frac{r^2}{4\alpha t} \right) + \frac{r^2}{4\alpha t} + \gamma + \ln \left(\frac{r^2}{4\alpha(t-t_c)} \right) - \frac{r^2}{4\alpha(t-t_c)} \right] ; t_c < t \quad (8)$$

La cual, al ordenar términos adquiere la forma reducida:

$$\Delta T \approx \frac{q}{4\pi k} \left[-\ln \left(\frac{t}{t-t_c} \right) + \frac{r^2}{4\alpha t} \left(\frac{t_c}{t-t_c} \right) \right] ; t_c < t \quad (9)$$

En primera instancia se realizó un ajuste con un material conocido en este caso la glicerina la cual sus propiedades térmicas están repostadas (conductividad y difusividad térmica). La prueba se realizó a temperatura ambiente con un tiempo de medida de 60 segundos empleando un sensor KS-1 con una potencia de 0.81 ± 0.01 W/m en una muestra de glicerina de 100 ml de volumen.

Para el ajuste en la etapa de calentamiento se observa que la conductividad térmica es de 0.295 ± 0.014 W/m²K y para la etapa de enfriamiento es de 0.295 ± 0.003 W/m²K, el aparato reporta una conductividad de 0.294 ± 0.003 W/m²K, la conductividad térmica reportada de la glicerina es de 0.285 W/m²K.

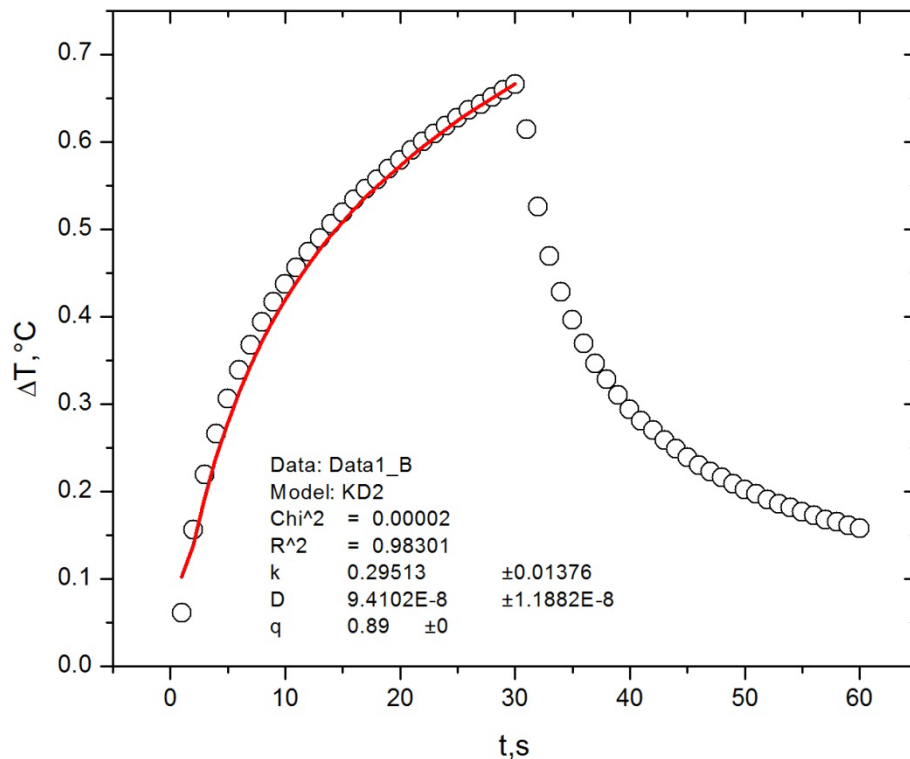


Fig. 5.4 Ajuste ΔT vs t de la glicerina en la etapa de calentamiento.

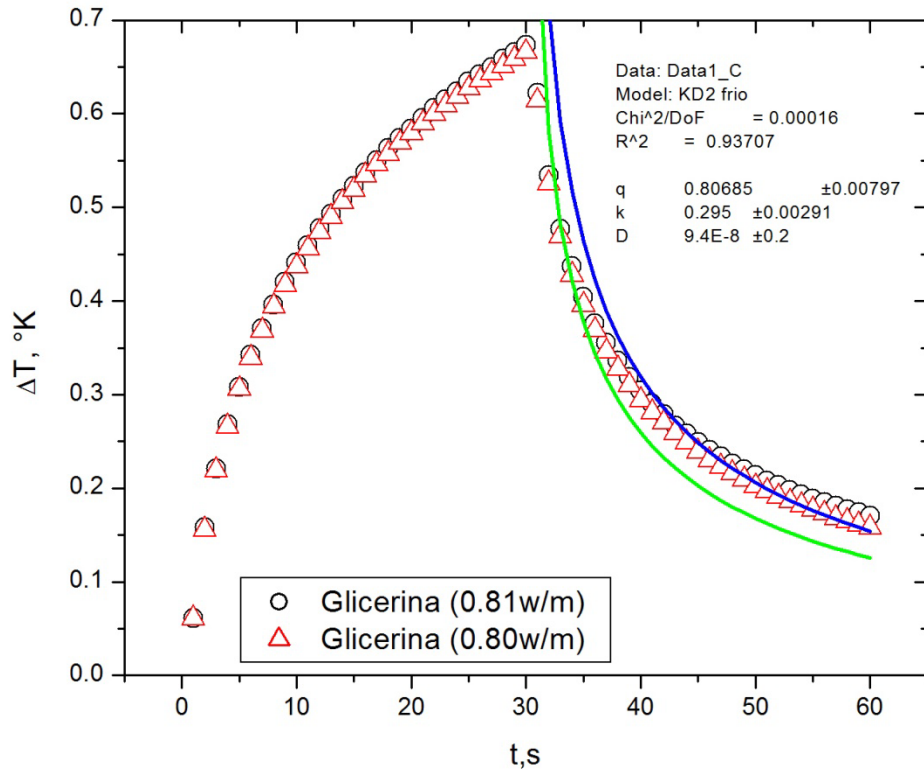


Fig. 5.5 Ajuste ΔT vs t de la glicerina en la etapa de enfriamiento.

b. Técnica HW de tres puntas

En este sistema se emplearon tres puntas de las cuales dos recibían la señal de una que enviaba el pulso de calor, estas registraban una diferencia de voltaje la cual mediante una equivalencia de temperatura/voltaje capturamos la señal. Se realizaron pruebas con agua destilada y aceite SAE40 para verificar si el sistema respondía.

El sistema se acondiciono con arcview para la captura de datos (voltaje) y un acoplamiento para las muestras (porta muestras).

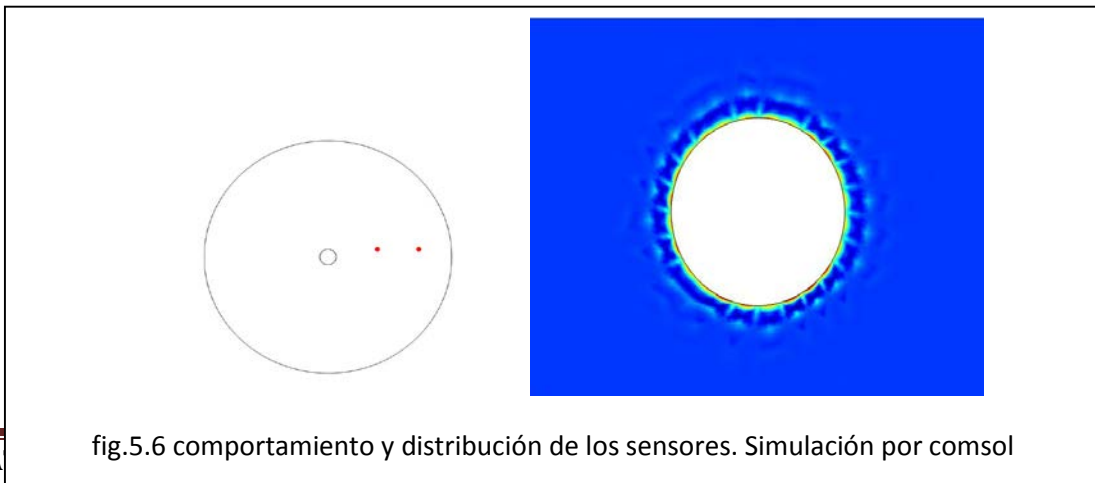


fig.5.6 comportamiento y distribución de los sensores. Simulación por comsol

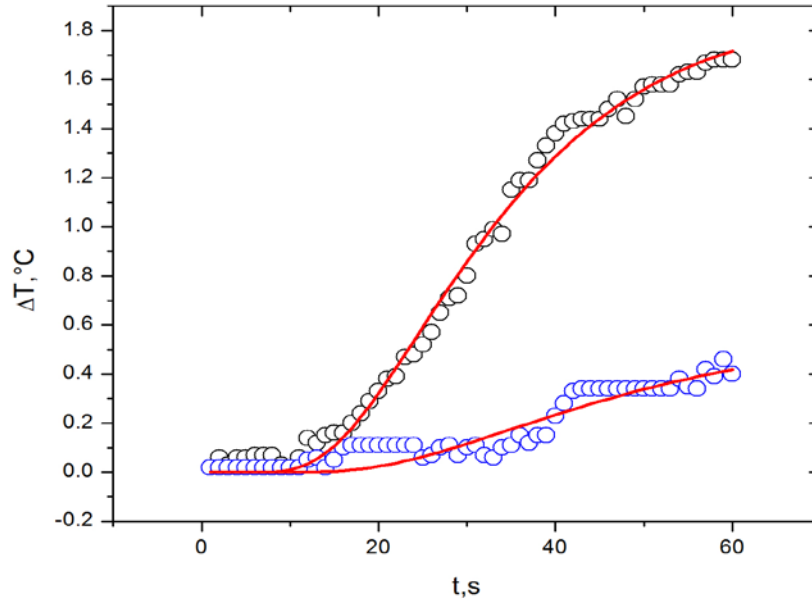


Fig 2. ΔT vs t. SAE 50 Motor oil

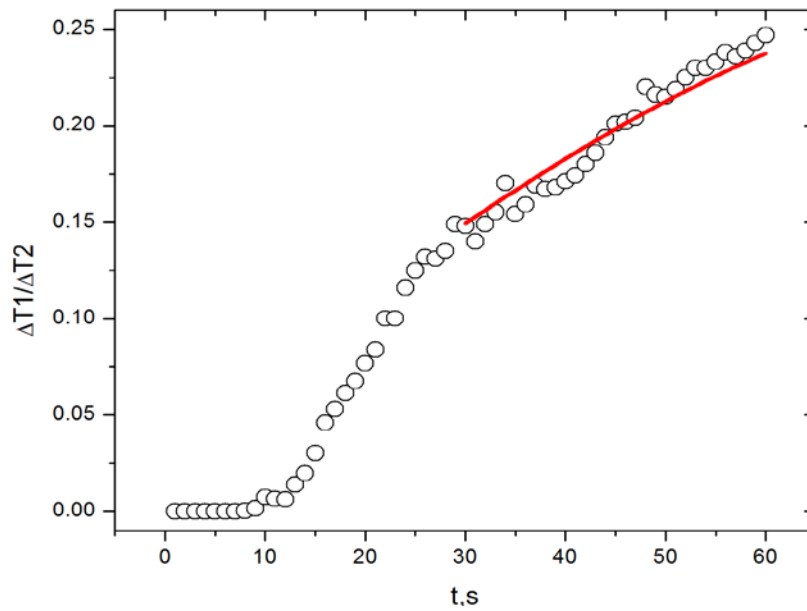


Fig 3. $\Delta T_1 / \Delta T_2$ vs t. SAE 50 motor oil. Producto de una normalización.



fig.4 Arreglo experimental.

CAPITULO 5

PROPIEDADES TÉRMICAS EN CONCRETOS Y COMPOSITOS

Se han realizado muchos estudios que examinan la relación entre la distribución de tamaño de partícula de cemento Portland (PSD), la cinética de hidratación y las propiedades de resistencia de la pasta en endurecimiento [1-6]. Para una proporción dada agua-cemento (w / c), una reducción del tamaño medio de partícula generalmente resulta en un aumento de la tasa de hidratación y, por lo tanto, la mejora de las propiedades que va adquiriendo, tales como altas resistencias mecánicas. Por esta razón en los últimos años ha aumentado el producto fino de cemento Portland. Sin embargo, Mehta [7] ha señalado que por razones de durabilidad, los cementos más finos pueden no ser siempre preferibles a las más gruesos. Además, recientemente se ha argumentado que en hormigones de alto rendimiento con relativamente baja razón w/c , los cementos más gruesos pueden ofrecer un rendimiento equivalente a largo plazo respecto de los cementos más finos [8], lo que resulta en un ahorro de energía debido a una reducción en el tiempo de molienda. Esta conclusión se basó en estudios de simulación del grado de hidratación contra el comportamiento temporal de un conjunto de cementos molidos a diferentes tamaños de grano.

En este capítulo realizamos muestras que usamos para determinar sus propiedades térmicas mediante los sistemas Hot wire y Hot Disk. Las muestras están compuestas de cementos con agregados de poliestireno en forma de esfera, así como de arcillas cocidas en forma de pequeños cilindros, con el objetivo de determinar el cambio en sus propiedades térmicas bajo estas circunstancias. Para el Hot wire se usó un sensor RK-1 ROCK SENSOR PACKAGE cuyas especificaciones vienen a continuación:



Fig. 6.1 Mezcla Mortero

Tabla 6.1 Características RK-1 Rock Sensor

ACCURACY:	$\pm 10\%$ from 0.2 - 6 W/(m•K) ± 0.02 W/(m•K) from 0.1 to 0.2 W/(m•K)
MEASUREMENT SPEED:	10 minute read time
RANGE:	0.10 to 6 W/(m•K) (thermal conductivity) 17 to 1000 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{cm}/\text{W}$ (thermal resistivity)
SIZE:	3.96 mm diameter x 60 mm long
OPERATING ENVIRONMENT OF SENSORS:	-50 to 150 $^{\circ}\text{C}$
CABLE LENGTH:	0.8 m
KD2 PRO FIRMWARE:	KP 1.23.2 or greater

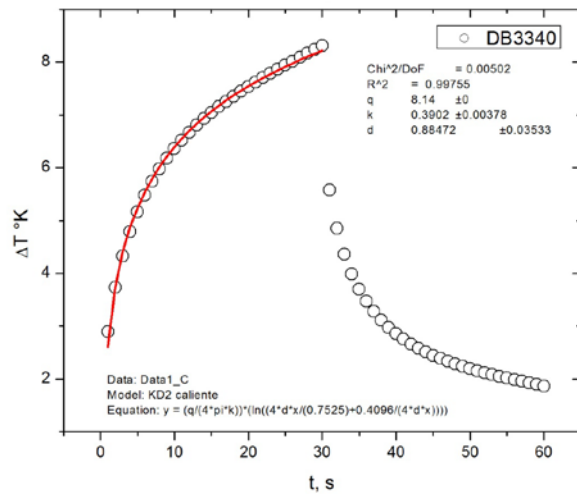


fig. 6.1 Ajuste ΔT vs t DB3340

De acuerdo a las referencias el valor de la conductividad de este material es $k = 0.406 \text{ W/m}^\circ\text{K} \pm 10\%$, obtenido usando un sensor RK-1-01514 con una temperatura de 22.1°C y un tiempo de 10 min de medición. El valor obtenido mediante el ajuste de los datos es de $0.390 \pm 0.004 \text{ W/m}^\circ\text{K}$.

Para las mediciones de morteros normales y con esferas de poliestireno se procedió a realizar pruebas con el KD2 y el hotdisk equipos que tenemos en el laboratorio de Física en Cicata.

muestras se elaboraron con cemento Portland Moctezuma tipo CPC compuesto 30, con alta resistencia inicial con denominación NMX-C-414-ONNCE (vigente), cuya tolerancia de contenido neto de acuerdo a la norma NOM-002-SCFI (vigente).

Mortero Normal

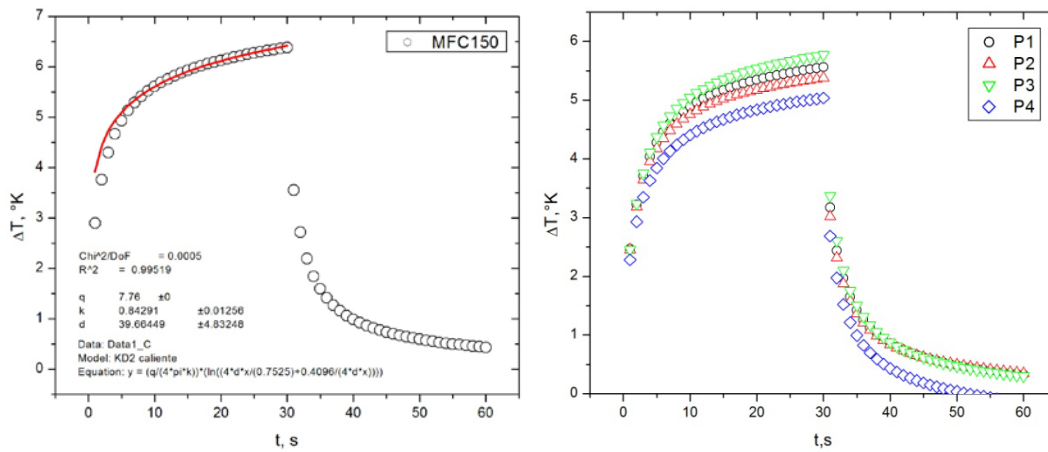
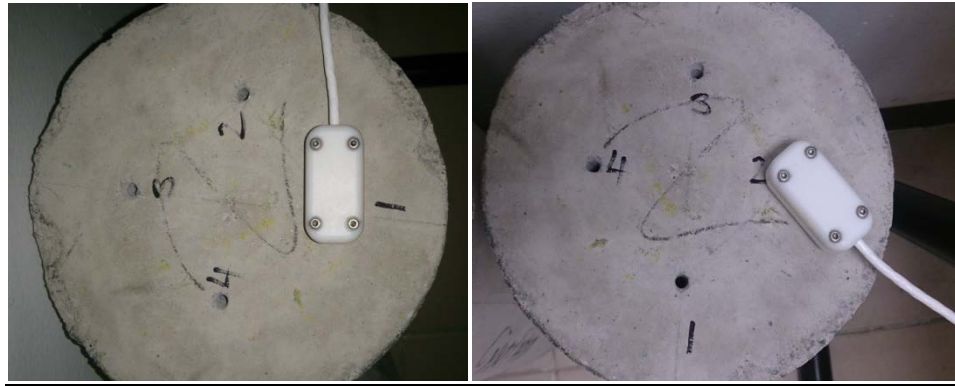


fig. 6.2 Ajuste ΔT vs t Muestra FC150

La muestra MFC150 presenta una resistencia de 150kg/cm³ la cual no tiene ninguna alteración, la potencia empleada es de 7.76w/m con un tiempo de medida de 10 min, obteniendo una conductividad aproximada de 0.771 ± 0.051 w/m^{°K} y de acuerdo al ajuste una difusividad de 39.66 ± 4.83 mm²/s. El ajuste se lo realiza en la etapa de calentamiento.

Tabla 6.1 Conductividades térmicas de muestras FC150

K	rho	Err	Temp(0)	Sample ID	Read Time	Power Mode	Power
W/(m·K)	°C·cm/W		°C		minutes		W/m
0.727	137.6	0.0133	22.28	FC150-1	10	HPM	6.800
0.814	122.8	0.0104	22.39	FC150-2	10	HPM	6.710
0.728	137.3	0.0118	22.17	FC150-3	10	HPM	6.670
0.720	138.8	0.0129	22.02	FC150-4	10	HPM	6.600
0.804	124.4	0.0108	21.87	FC150-1	10	HPM	6.560
0.869	115.1	0.0107	21.78	FC150-2	10	HPM	6.520
0.731	136.8	0.0116	21.74	FC150-3	10	HPM	6.440
0.777	128.7	0.0094	22.56	FC150-4	10	HPM	6.400

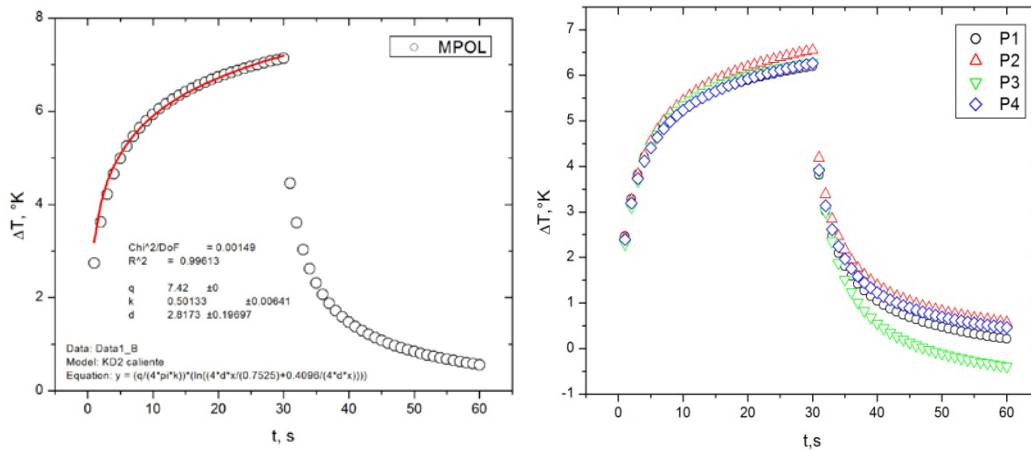
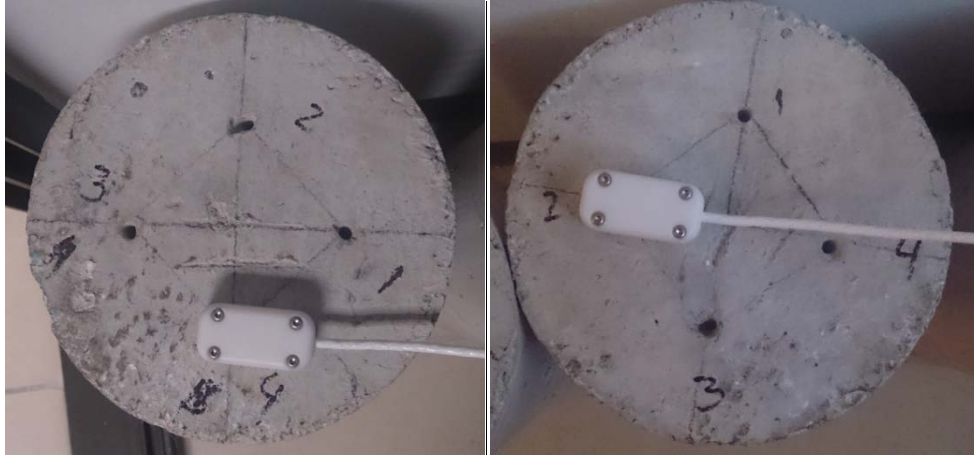


fig. 6.3 Ajuste ΔT vs t de la muestra MPOL (contiene esferas de poliestireno)

Las muestras MPOL contienen esferas de poliestireno distribuidas de forma aleatoria, la potencia empleada para la medición es de 7.42W/m obteniendo una conductividad térmica de 0.501 ± 0.048 W/m²K y una difusividad de 3.30 ± 0.23 mm²/s obtenidos del ajuste. Se observa un decaimiento del 58.8% con respecto a la conductividad, y en la difusividad es notable el decaimiento en un orden de magnitud.

Tabla 6.2 Conductividades térmicas de muestras MPOL.

K	rho	Err	Temp(0)	Sample ID	Read Time	Power Mode	Power
W/(m·K)	°C·cm/W		°C		minutes		W/m
0.533	187.8	0.0103	22.62	MPOL-1	10	HPM	6.590
0.553	180.7	0.0083	23.26	MPOL-2	10	HPM	6.540
0.457	219.0	0.0145	23.08	MPOL-3	10	HPM	6.480
0.515	194.2	0.0097	22.53	MPOL-4	10	HPM	6.400
0.528	189.5	0.0086	22.77	MPOL-1	10	HPM	6.360
0.479	208.6	0.0092	22.63	MPOL-2	10	HPM	6.320
0.495	202.2	0.0137	24.09	MPOL-3	10	HPM	6.290
0.505	197.9	0.0081	22.93	MPOL-4	10	HPM	6.250

a. **Propiedades térmicas en morteros en función del tiempo de fraguado.**

Curado de hormigón es un proceso de efectos reticulados que interactúan entre las partículas activas de cemento y otros constituyentes de la mezcla de hormigón. Estructura de hormigón se desarrolla como resultado de la interacción de la fase sólido, líquido y gaseoso con respecto a la temperatura de reacción. Curso de proceso de curado es similar para todos los hormigones que implican cemento Portland. Las diferencias están relacionadas con la secuencia de los procesos físico-química de la licuefacción de cemento y minerales que surgen de composición diversificada mineral del agente aglutinante, el uso de aditivos y aditivos, si los hubiera, y las condiciones ambientales.

El fraguado es el tiempo durante el cual el cemento amasado con agua mantiene su trabajabilidad y es un proceso que dura pocas horas desde el amasado del cemento con agua, el endurecimiento es un proceso que se inicia al terminar el fraguado y se prolonga durante meses e incluso años, si bien al cabo de 28 días se alcanza – dependiendo del tipo de cemento - aproximadamente el 90% de la resistencia final ó máxima. La contribución de la temperatura del cemento a la temperatura del hormigón es pequeña, dada la baja proporción en masa de cemento que lleva un hormigón y su bajo calor específico. Es mucho más relevante la temperatura de otros componentes como los áridos y el agua, y por supuesto la temperatura ambiental a la hora de amasar y curar el hormigón. El mortero = Cemento + árido fino (arena) + agua, se ha probado, desde un punto de vista experimental que cuando se mezcla un cemento con una cantidad apropiada de agua, de tal modo que se obtenga una consistencia definida (consistencia normal), se obtiene una masa plástica que conserva su plasticidad durante un tiempo determinado; a continuación se produce un aumento brusco de su viscosidad, a la vez que un incremento de la temperatura de la pasta que se pone de manifiesto por la resistencia que la masa ejerce a la penetración de una aguja¹ (principio de fraguado). A partir de este momento la masa va adquiriendo mayor

¹ Prueba VICAT, por medio del cual se mide la resistencia que ejerce una pasta de cemento a lo largo del tiempo, amasada solamente con agua, a la penetración de una aguja metálica, de forma cilíndrica, que tiene una sección de 1 mm² y una masa de 300 ± 1 g.

rigidez y su resistencia a la penetración va aumentando, hasta que cesa su deformabilidad y se transforma un bloque rígido (final de fraguado); su determinación es convencional y a que la reacción de hidratación continúa a lo largo del tiempo y las resistencias mecánicas del bloque (endurecimiento) crecen regularmente.

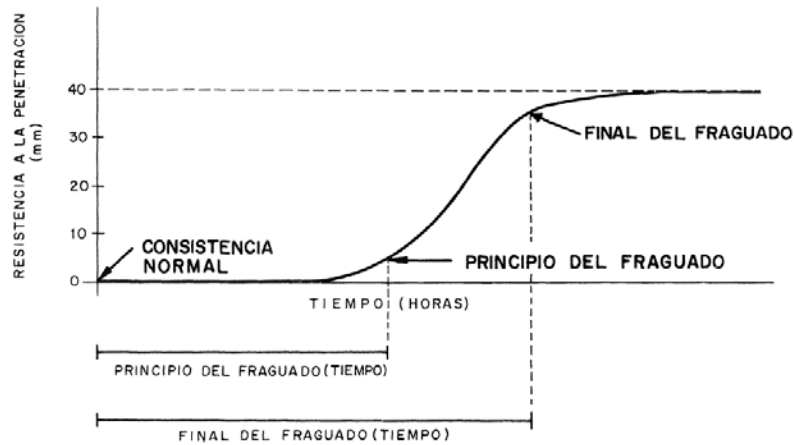


fig. 6.1 Proceso de fraguado

En el capítulo III se describe a detalle el funcionamiento del Hot Disk Thermal Constants Analyzer Model TPS 2500 tomando a consideración para este tipo de mediciones se empleó un sensor de polímero de Kapton de diámetro 6.403 mm [Fig. 6.4]

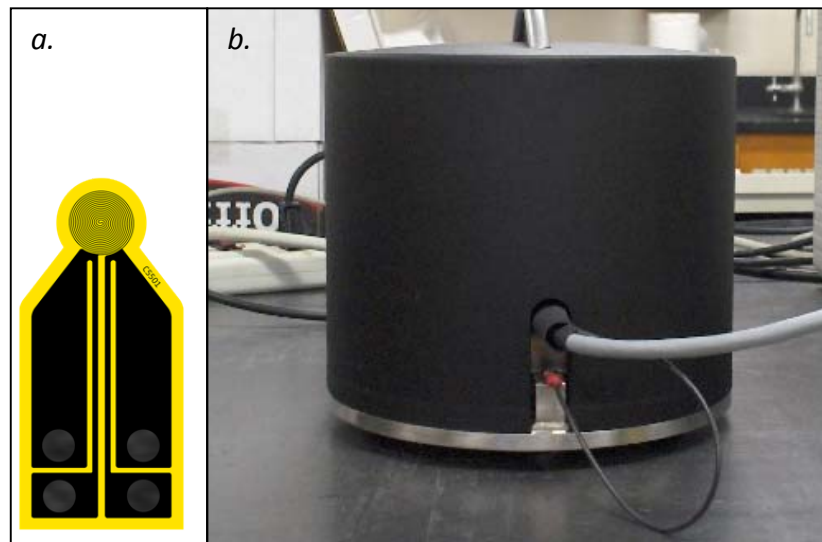


Fig 6.4 a. Sensor design 5501, b. Hot disk Sample Holder with cover.

Primeramente se elaboraron muestras de morteros con diferentes dosificaciones manteniendo la misma relación agua-cemento para analizar el comportamiento de las propiedades térmicas en el proceso de fraguado.

Mediciones de mortero (proceso de fraguado) - Propiedades térmicas

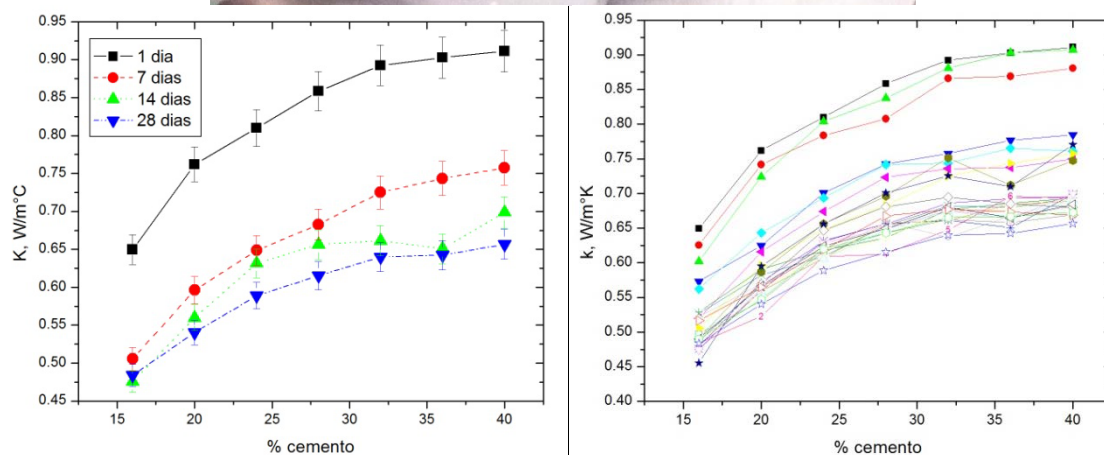


Fig. 6.5 K vs %Cemento a 1, 7,14,28 y 90 días de fraguado.

La grafía muestra un comportamiento exponencial encon respecto al porcentaje de cemento presente en el mortero para la conductividad térmica. Cada Medición se realizo a temperatura ambiente dentro de un porta muestras para evitar efectos de convección Fig. 6.4b. La medición de la conductividad térmica y difusividad térmica es realizada mediante Hotdisk usando un sensor tipo C5501 de radio 6.403mm kapton y espesor 0.2mm. Fig 6.4a.

Las muestras son de concentraciones de 16, 20, 24, 28, 32, 36 y 40 % de cemento con respecto al agregado. La relacion de agua - cemento es de 0.6, la distribución

granulométrica de los agregados sigue la norma ASTM-136 para mantener la distribución de un mortero de cemento gris Fig 6.5.

b. Propiedades térmicas de composites de concreto con poliestireno y arcillas.

MORTEROS CON ESFERAS DE POLIESTIRENO

En este experimento , las muestras analizadas eran discos de material compuesto Mortero FC150 y Mortero con perlas de poliestireno, con un diámetro D de 55mm y 20 mm de espesor. La potencia suministrada es de 0.1 y 0.2 W con un tiempo de 55, 80 y 360 segundos para diferentes muestras de morteros con diferentes diámetros de esferas de poliestireno Fig [1].

Reportamos medidas de conductividad y difusividad térmica para las diferentes muestras. La técnica del disco caliente es una tecnología emergente que utiliza la técnica de fuente plana transitoria para medir la conductividad térmica en el plano y a través de un material anisotrópico[1-3] . Este sensor de disco caliente actúa tanto como una fuente de calor para aumentar la temperatura de la muestra y un termómetro de resistencia para la grabación del aumento de temperatura dependiente del tiempo.

En la mayoría de los casos, el elemento sensor está hecho de un níquel-metal doble espiral 10 μm de espesor, con dimensiones diseñadas precisamente (ancho, número de devanados y sus radios). Esta espiral se apoya en un material para proteger a su particular forma, darle resistencia mecánica y mantenerlo aislado eléctricamente.

Para las muestras más conductoras se utilizó el sensor con el radio mayor fig[2]. Las conductividades térmicas se midieron a 23°C . Dado que las muestras de prueba son anisotrópicas , este método de ensayo es útil para este proyecto. Teniendo en cuenta las propiedades térmicas tanto de los morteros y del poliestireno ya reportados se procedió a realizar esta combinación [4].

El sensor tiene una corriente eléctrica constante (variable por muestra de 0.1W - 0.2 W) durante un período de tiempo (variable por muestra de 55s - 360s) pasado a través de él. El calor generado se disipa dentro de la espiral doble que es conducido a través de la capa

aislante del Kapton y penetra en la muestra circundante, causando un aumento en la temperatura del sensor y la muestra.

Las muestras se elaboraron con cemento Portland Moctezuma tipo CPC compuesto 30, con alta resistencia inicial con denominación NMX-C-414-ONNCE (vigente), cuya tolerancia de contenido neto de acuerdo a la norma NOM-002-SCFI (vigente).

Se realizaron 3 muestras de cada tipo con porcentajes de cemento de 36, 32 y 28 % con respecto al agregado, con dos diferentes diámetros de 1.5-2.2mm fig 1(a) y de 3-3.6mm fig 1(b). A su vez con el mismo porcentaje de mortero se realizo 3 muestras colocando 2 capas de poliestireno y 3 de mortero realizando una especie de sándwich con las mismas dimensiones de 55 mm de diámetro y 20 mm de espesor, el espesor de la capa de poliestireno es de 3.15 ± 0.15 mm fig 1(c).

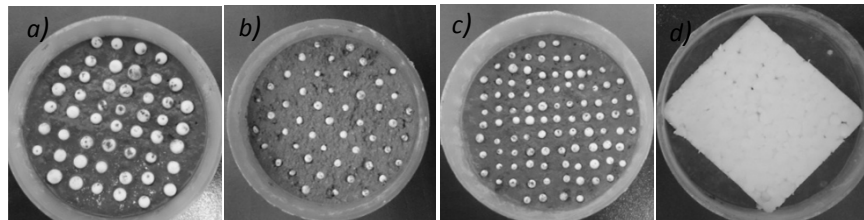


fig.6.5 a. esferas poliestireno $d = 3.3 \pm 0.3$ mm [MPG], b. esferas poliestireno $d = 1.8 \pm 0.3$ mm [MPCh50], c. esferas poliestireno $d = 1.8 \pm 0.3$ mm [MPCh100], d. capas de poliestireno [MPCap].

La relación agua/cemento empleada fue de 0.6 teniendo en cuenta que el agregado estaba parcialmente húmedo. Las mediciones de conductividad y difusividad térmica se las realizaron en el intervalo del tiempo de fraguado para ver el comportamiento de estas propiedades con respecto al tiempo.

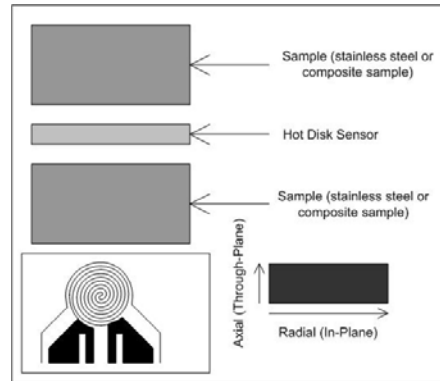


Figure 6.6: Schematic of Samples and Sensor for the Hot Disk
The insert at the lower left shows the double spiral heating element.

Resultados y Análisis

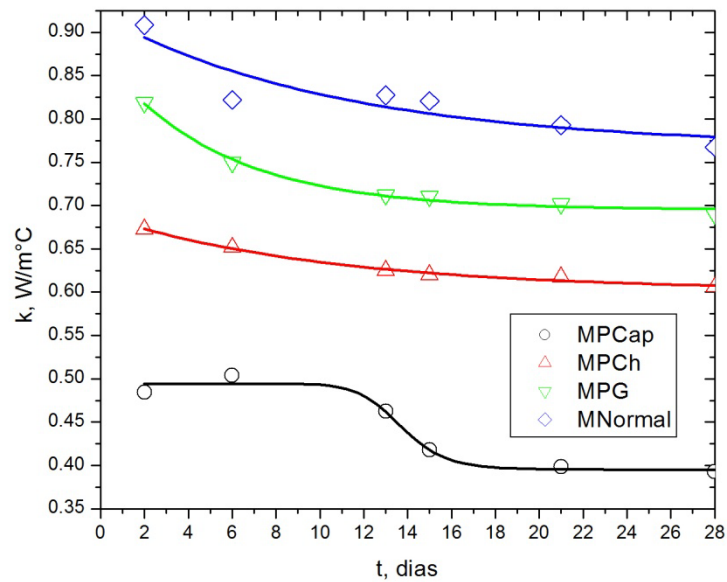


fig 6.7. Comportamiento de la Conductividad térmica en el intervalo de tiempo de fraguado para muestras con 28% de cemento a/c =0,6.

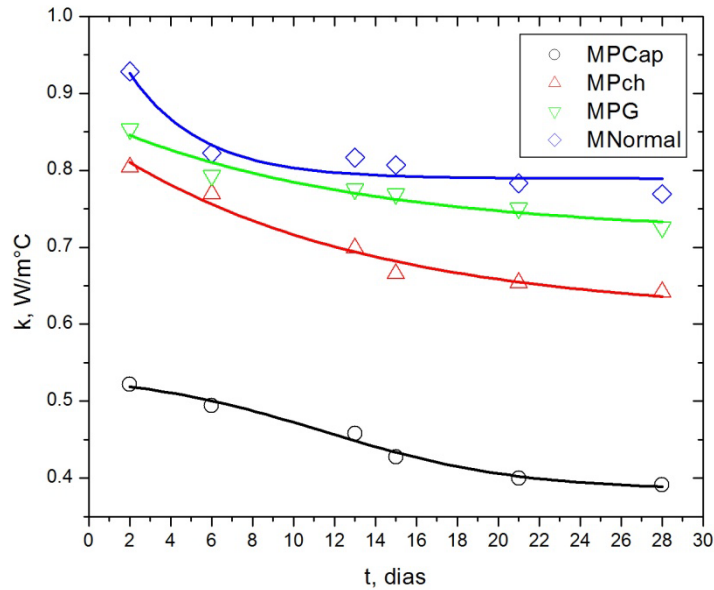


fig 6.8. Comportamiento de la Conductividad térmica en el intervalo de tiempo de fraguado para muestras con 32% de cemento a/c =0,6.

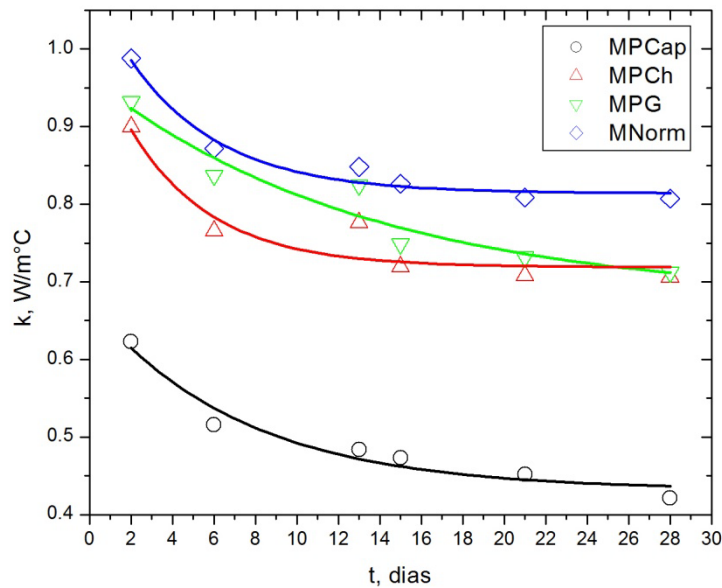


fig 6.9. Comportamiento de la Conductividad térmica en el intervalo de tiempo de fraguado para muestras con 36% de cemento a/c =0,6.

Se observa que los valores de MNorm, MPG y MPCh tienen un decaimiento exponencial con respecto al tiempo de fraguado en las medidas de conductividad térmica, en el caso de MPCap que es el sandwich ya explicado anteriormente el decaimiento en el caso de 28% y 32% de cemento es en forma de una curva de boltzman y en el de 36% de cemento es

exponencial. En la tabla 1 Se observa el valor de la conductividad térmica a temperatura ambiente.

Tabla 1. Valores medidos de la Conductividad térmicas k de las muestras de Morteros 28,32 y 36% de cemento a los 28 días ($W/m^{\circ}K$).

Muestra	28% $k \times 10^{-2}$	32% $k \times 10^{-2}$	36% $k \times 10^{-2}$
MNormal	77 ± 3	79 ± 3	81 ± 3
MPG	70 ± 3	72 ± 3	69 ± 3
MPCh	60 ± 3	61 ± 3	71 ± 3
MPCap	49 ± 3	54 ± 3	43 ± 3

Tabla 2. Valores medidos de difusividad térmica α [mm^2/s] a temperatura ambiente de los morteros con diferentes concentraciones de cemento a los 28 días .

Muestra	28% $\alpha \times 10^{-2}$	32% $\alpha \times 10^{-2}$	36% $\alpha \times 10^{-2}$
MNormal	48 ± 4	40 ± 4	48 ± 4
MPG	31 ± 2	36 ± 2	30 ± 2
MPCh	37 ± 2	34 ± 2	33 ± 2
MPCap	8 ± 1	8 ± 1	8 ± 1

De la tabla 2 se observa que el valor determinado de α en los morteros con diferentes concentraciones. La difusividad disminuye notablemente con respecto a la cantidad de Poliestireno presente en la muestra de mortero.

Referencias

- [1] V. Bohac, M.K. Gustafsson, L. Kubicar, and S.E. Gustafsson, *Rev. Sci. Instru.*, **71(6)**, 2452 (2000).
- [2] A. Laukaitis, R. Zurauskas, J. Keriene, *The effect of foam polystyrene granules on cement composite properties*, *Cement and Concrete composites* 27, 41-47 (2005).

[3] Ramazan Demirboga, Abdulkadir Kan, *Thermal conductivity and shrinkage properties of modified waste polystyrene aggregate concretes*, Construction and Building Materials 35, 730–734 (2012).

[4] Y. S. Touloukian, *Thermophysical Properties of Matter*. Vol. 10. New York-IFI/Plenum. (1973).

MORTEROS CON ARCILLA

Muestras Morteros C36 a los 28 días

Las muestras se elaboraron con cemento Moctezuma con una dosificación de 36% con respecto a los agregados, incorporando cilindros pequeños de arcilla de 5mm de diámetro para alterar sus propiedades térmicas con respecto al mortero normal. Con respecto al agregado se empleo una granulometría de un agregado fino para morteros. La relación agua/cemento empleada para todas las muestras es de 0.6 y empleando vibración mecánica para tener mejor compactación en las muestras como indica la norma.

Las muestras tienen un espesor de 20 mm y un diámetro de 60 mm, los pequeños cilindros de arcilla llevan una separación respectiva de 5mm entre ellos formando una red uniformemente distribuida.

Los parámetros empleados son los siguientes.

Parameters :	C36 c/arcilla 28 días		Number of 1			
File:	Temperature	Outp.power. (W)	Meas.time (s)	Radius (mm)	TCR	Disk Type
C:\hotd2006\jon\ mortero+arcilla\C36 21 dia 0.2W80s.hot	23	0.2	80	6.403	0.0047	Kapton

Los resultados obtenidos son los siguientes:

Results :	C36 c/arcilla 21 dias		Number of 1		
File:	(Points)	Temperature	Th.Conductivity W/m ^{°K}	Th.Diffusivity mm ² /s	Spec.Heat MJ/m ³ K
C:\hotd2006\jon\ mortero+arcilla\C36 21 dia 0.2W80s.hot	(10- 190,tc)	23	0.534609863	0.296582928	1.802564521



fig. 6.10 distribución de la arcilla en el mortero.

Graficas:

Tomando los datos y mediante un ajuste siguiendo el modelo explicado anteriormente aproximamos los valores tanto de la conductividad y la difusividad térmica del material a analizar que en este caso es el mortero C36 con agregados finos y cilindros de arcilla distribuidos en el interior.

La conductividad térmica se obtiene haciendo un despeje de la ecuación $T(t) = \frac{P_0}{\pi^{3/2} r_0 k} D_n(\tau)$ donde P_0 es la potencia empleada, r_0 es el radio del sensor y k es la conductividad térmica del material, $D_n(\tau)$ es una función que depende del tiempo y viene relacionada con $\tau = \sqrt{\frac{\alpha t}{r_0^2}}$ donde α es la difusividad del material, t el tiempo característico.

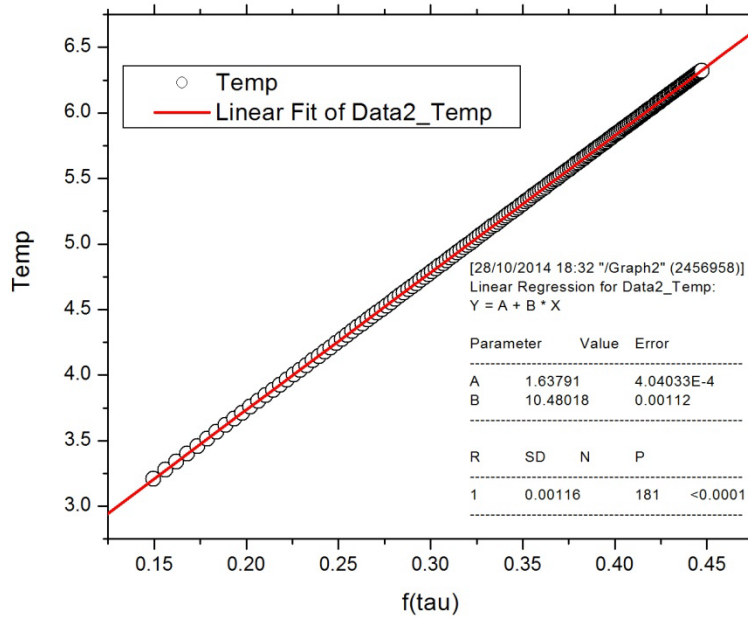


fig.6.11 Temp vs f(tau), C36 c/arcilla 28 días.

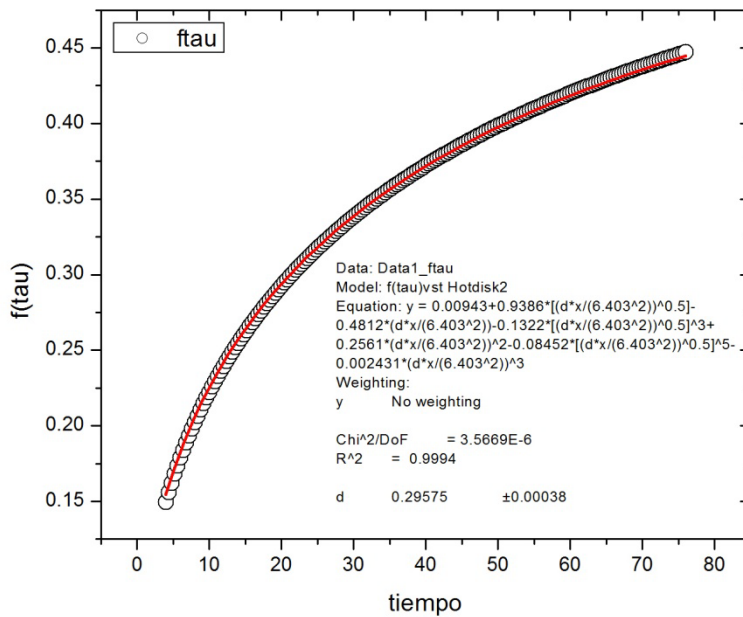


fig.6.12 f(tau) vs tiempo, C36 c/arcilla 28 días.

De la figura 1 obtenemos la pendiente que es de 10.48 de la cual obtenemos una conductividad térmica de $0.535 \pm (0.001)$ W/m²K, y de la figura 2 obtenemos la difusividad de 0.29575 ± 0.00038 mm²/s.

Muestras Morteros C32 a los 28 días

Las muestras se elaboraron con cemento Moctezuma con una dosificación de 32% con respecto a los agregados, incorporando cilindros pequeños de arcilla de 5mm de diámetro para alterar sus propiedades térmicas con respecto al mortero normal. Con respecto al agregado se empleo una granulometría de un agregado fino para morteros. La relación agua/cemento empleada para todas las muestras es de 0.6 y empleando vibración mecánica para tener mejor compactación en las muestras como indica la norma.

Las muestras tienen un espesor de 20 mm y un diámetro de 60 mm, los pequeños cilindros de arcilla llevan una separación respectiva de 5mm entre ellos formando una red uniformemente distribuida.

Los parámetros empleados para estas muestras son las mismas con las que se midieron las muestras C36 , con una potencia de 0.2W y un tiempo de medición de 80s.

Los resultados son los siguientes:

Results :	C32 c/arcilla 21 dias	Number of Rows:			
File:	(Points)	Temperature	Th.Conductivity W/m°K	Th.Diffusivity mm²/s	Spec.Heat MJ/m³K
C:\hotd2006\jon\ mortero+arcilla\C32 28 dia 0.2W80s.hot	(10- 190,tc)	23	0.520894435	0.307564113	1.693612529

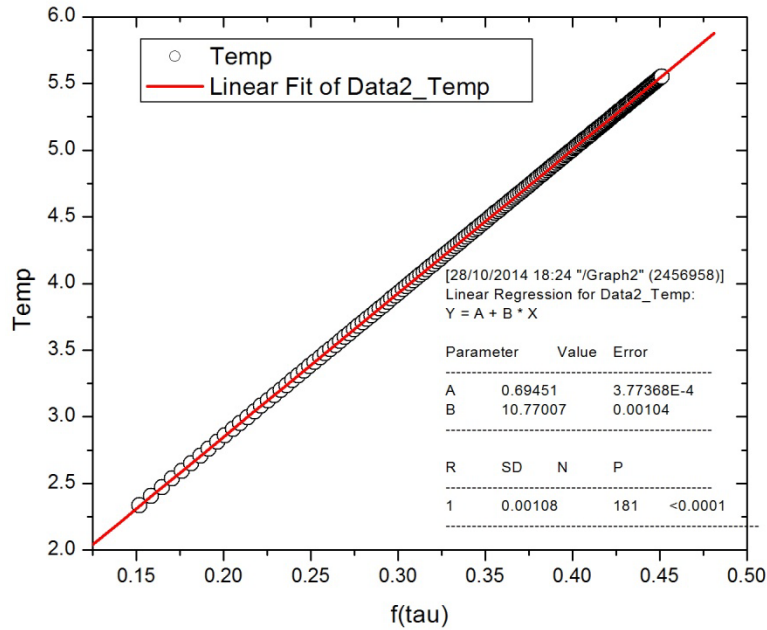


fig.6.13 Temp vs f(tau), C32 c/arcilla 28 días.

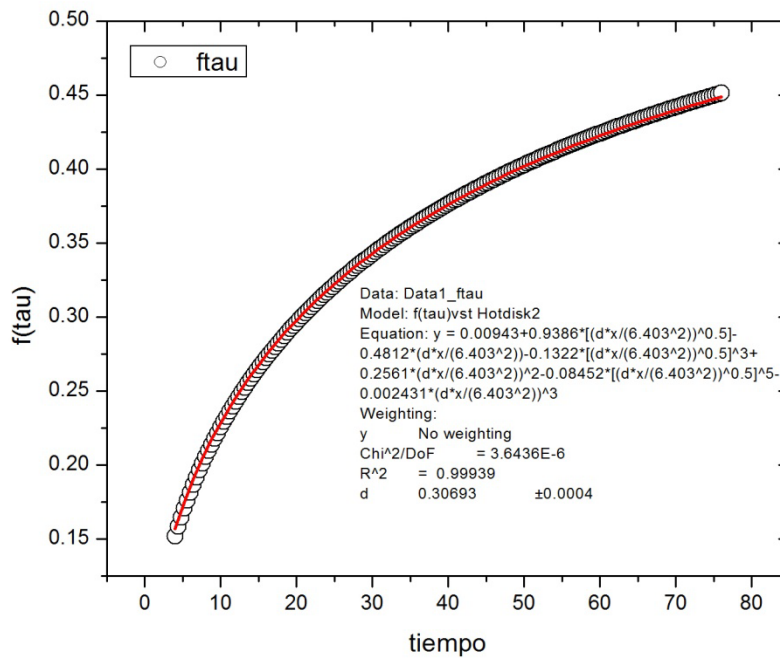


fig.6.14 f(tau) vs tiempo, C32 c/arcilla 28 días.

De la figura 3 obtenemos la pendiente que es de 10.77 de la cual obtenemos una conductividad térmica de $0.521 \pm (0.001)$ W/m²K, y de la figura 4 obtenemos la difusividad de 0.3069 ± 0.0004 mm²/s.

Muestras Morteros C28 a los 28 días

Las muestras se elaboraron con cemento Moctezuma con una dosificación de 28% con respecto a los agregados, incorporando cilindros pequeños de arcilla de 5mm de diámetro para alterar sus propiedades térmicas con respecto al mortero normal. Con respecto al agregado se empleó una granulometría de un agregado fino para morteros. La relación agua/cemento empleada para todas las muestras es de 0.6 y empleando vibración mecánica para tener mejor compactación en las muestras como indica la norma.

Las muestras tienen un espesor de 20 mm y un diámetro de 60 mm, los pequeños cilindros de arcilla llevan una separación respectiva de 5mm entre ellos formando una red uniformemente distribuida.

Los parámetros empleados para estas muestras son las mismas con las que se midieron las muestras C36 y C32, con una potencia de 0.2W y un tiempo de medición de 80s.

Los resultados son los siguientes:

Results :	C28 c/arcilla 21 dias	Number of Rows:	1		
File:	(Points)	Temperature	Th.Conductivity	Th.Diffusivity	Spec.Heat
C:\hotd2006\jon\ mortero+arcilla\C28 27 dia 0.2W80s.hot	(10- 190,tc)	23	0.564078066	0.351642845	1.60412212

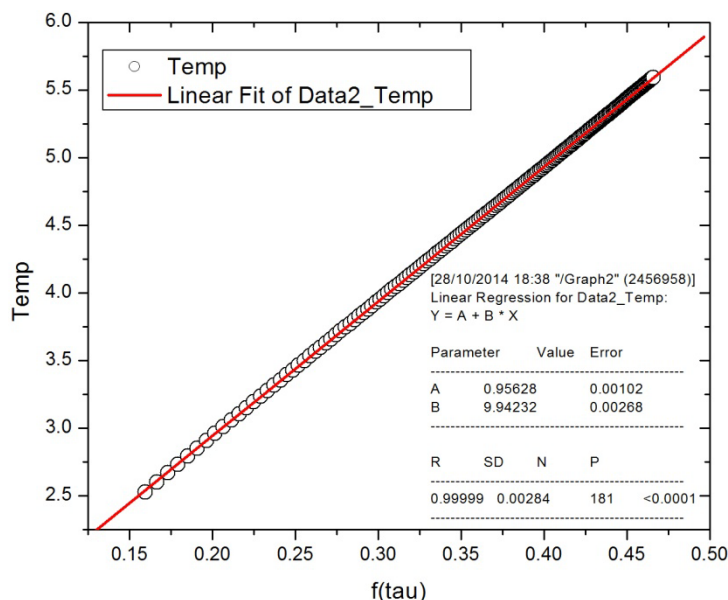


fig.6.15 Temp vs f(tau), C28 c/arcilla 28 días.

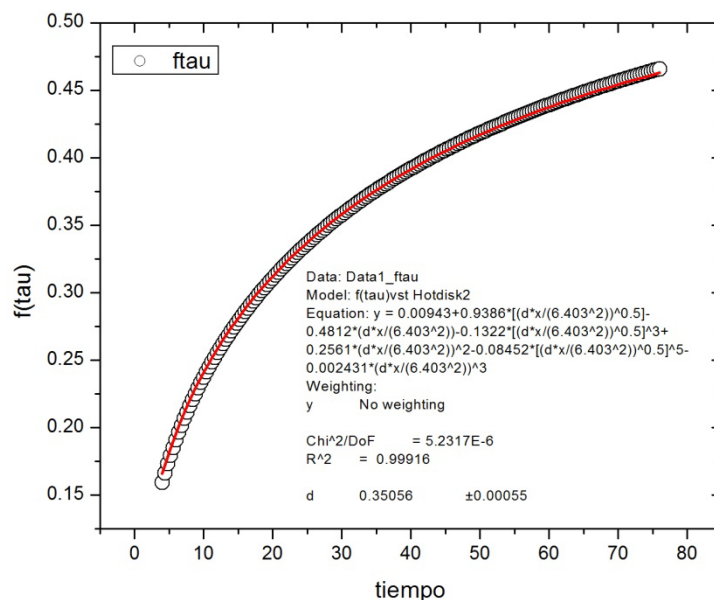


fig.6.16 f(tau) vs tiempo, C28 c/arcilla 28 días.

De la figura 5 obtenemos la pendiente que es de 9.94 de la cual obtenemos una conductividad térmica de $0.564 \pm (0.001)$ W/m²K, y de la figura 6 obtenemos la difusividad de 0.35056 ± 0.00055 mm²/s.

ARCILLA

Results :	arcila 0.2w80s	Number Rows:	of 1		
File:	(Points)	Temperature	Th.Conductivity	Th.Diffusivity	Spec.Heat
C:\hotd2006\jon\mortero+arcilla\ arcilla B 0.2w80s 20-180.hot	(20- 180,tc)	23	0.505918421	0.269157672	1.879635894

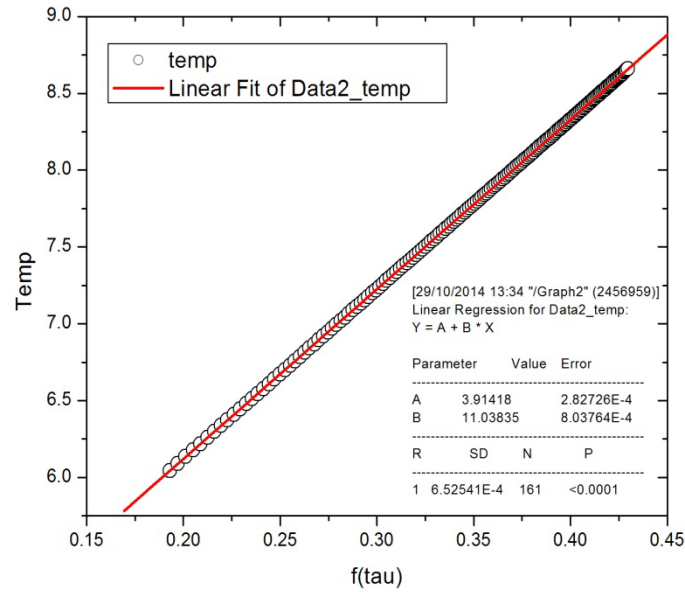


fig6.17. arcilla temp vs f(tau)

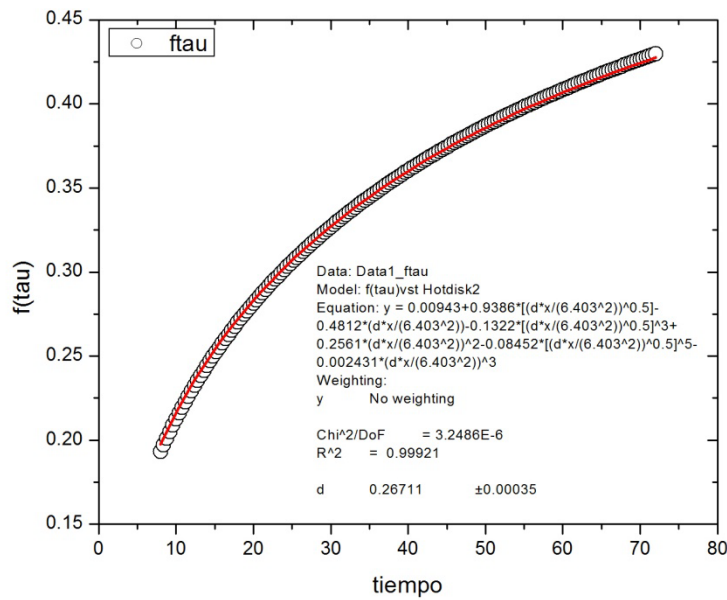


fig 6.18. arcilla f(tau) vs tiempo

De la figura 7 obtenemos la pendiente que es de 11.03 de la cual obtenemos una conductividad térmica de $0.509 \pm (0.001)$ W/m²K, y de la figura 8 obtenemos la difusividad de 0.26711 ± 0.00035 mm²/s.

Referencias:

- [1] G. Frigioine, S. Marra, Relationship between particle size distribution and compressive strength in Portland cement, *Cem Concr Res* 6 (1976) 113–128.
- [2] B. Osbaeck, V. Johansen, Particle size distribution and rate of strength development of Portland cement, *J Am Ceram Soc* 72 (2) (1989) 197–201.
- [3] J.M. Pommersheim, Effect of particle size distribution on hydration kinetics. in: *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 85, L.J. Struble, P.W. Brown (Eds.), Mat Res Soc, Pittsburgh, 1987, pp. 301–306.
- [4] T. Knudsen, The dispersion model for hydration of Portland cement I. General concepts, *Cem Concr Res* 14 (1984) 622–630.
- [5] S. Wakasugi, K. Sakai, S. Shimobayashi, H. Watanabe, Properties of concrete using belite-based cement with different fineness, in: O.E. Gjorv (Ed.), *Concrete under Severe Conditions 2*, E & FN Spon, London, 1998, pp. 2161–2169.
- [6] H.F.W. Taylor, *Cement Chemistry*, 2d ed., Thomas Telford, London, 1997.
- [7] P.K. Mehta, Durability—Critical issues for the future, *Concr International* 19 (7) (1997) 27–33.
- [8] D.P. Bentz, C.J. Haecker, An argument for using coarse cements in high performance concrete, *Cem Concr Res* 29 (1999) 615–618.

CAPITULO 6

CONCLUSIONES

Se realizó la determinación de las propiedades térmicas en polvos de MgO utilizando las técnicas Hot Wire y Hot Disk, así como la impedancia eléctrica mediante la aplicación de un sistema analizador de respuesta en frecuencia.

Se llevó a cabo un estudio de las bases físicas del principio de funcionamiento de la técnica Hot Wire, se desarrolló un modelo extendido para la determinación de la difusividad térmica en materiales, y se implementó el sistema Hot Wire en una configuración de tres puntas, una fuente de calor y dos sensores, para la determinación directa de la difusividad térmica, independiente de otros parámetros físicos y geométricos.

Finalmente, mediante la aplicación de la técnica Hot Disk y Hot Wire se reportó la determinación de las propiedades térmicas en morteros en función del tiempo de fraguado, así como de compositos de concreto con agregados de esferas de poli estireno y arcillas.