

Control del proceso de sinterización por corriente eléctrica pulsada a través de una simulación por elementos finitos (MEF)



Rodrigo Martínez-Rodríguez
Rafael Barea-del Cerro
Nuria Candela-Vázquez

Master en Diseño Industrial
Doctor Ingeniero de Materiales
Doctora en Ciencias Químicas

UNIVERSIDAD ANTONIO DE NEBRIJA. Grupo de Investigación de Materiales del Departamento de Ingeniería Industrial. Calle Pirineos, 55 - 28040 Madrid. Tfno: 914 521 100. rbarea@nebrija.es

Recibido: 04/07/2012 • Aceptado: 08/10/2012

DOI: <http://dx.doi.org/10.6036/5207>

SPARK PLASMA SINTERING (SPS) CONTROL BY FINITE ELEMENT METHOD (FEM)

ABSTRACT

- The Spark Plasma Sintering (SPS) offers improvements in processing time and quality of sintering. This paper models the process using a finite element method software, checking the temperature distribution and the electric potential. In this work we try to simulate the process using a software for finite element simulation and checking the temperature distributions and potential. The first simulations were performed in the SPS equipment without sample, which allows to evaluate the results knowing the basic behavior of the equipment, and then we have simulated the SPS equipment with a graphite disk that we know their properties and behaviors. The model created introduces the Joule effect in the sintering through the thermoelectric interaction of the system, discuss the effect generated by the introduction of electrical potential. It has been studied from the potential value added to the control (PID) comparing the results with experiments at Ceramics and Glass Institute (ICV). Finally it was found that the temperature measurement by the pyrometer that monitored the equipment can be up to 150 °C above the actual temperature in the sintered sample.
- **Keywords:** SPS, sintering, FEM.

RESUMEN

La sinterización asistida por corriente eléctrica pulsada (SPS) ofrece mejoras en la velocidad y en la calidad del sinterizado tradicional.

En este trabajo se modela el comportamiento de un equipo SPS mediante elementos finitos con objeto de poder estimar las temperaturas reales en el interior.

Las primeras simulaciones se han realizado en el horno de sinterizado sin compacto en verde, lo que permite evaluar los resultados sabiendo el comportamiento base del equipo, y posteriormente se ha simulado el funcionamiento del horno cuando añadimos un disco compacto de grafito, material del que conocemos sus propiedades y comportamiento.

El modelo realizado introduce el *efecto Joule* en el horno de sinterizado a través de la interacción termoeléctri-

ca del sistema, discutiendo el efecto generado por la introducción de potencial eléctrico. Se ha estudiado desde el valor del potencial introducido hasta el mecanismo de control de introducción del mismo, contrastando los resultados con experimentos realizados en el instituto de la cerámica y vidrio (ICV). Finalmente se ha comprobado que la medida de la temperatura realizada por el pirómetro que controla el equipo a elevadas temperaturas, puede estar hasta 150 °C por encima de la temperatura real en las muestra sinterizada.

Palabras clave: Spark Plasma Sintering, sinterización, Métodos de elementos finitos.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales cerámicos, ya sean monolíticos o reforzados con nanoestructurados

(nanotubos, nanofibras, grafenos, etc.) son empleados en aplicaciones tecnológicas sometidas a altas temperaturas, ambientes agresivos, fricción, barreras térmicas, etc. Para la sinterización de estos materiales, en las últimas décadas se ha desarrollado una técnica que permite obtener materiales cerámicos, con mejores propiedades, con menos aditivos, y mucho más rápido. La técnica se denomina SPS por sus siglas en inglés “*Spark Plasma Sintering*”.

La técnica de *sinterización por corriente eléctrica pulsada* permite la densificación de un gran número de materiales diferentes acortando sensiblemente los tiempos de sinterizado. Para ello, el horno SPS introduce pulsos de corriente eléctrica junto con la aplicación de una presión uniaxial simultánea sobre la muestra [1-2]. Este proceso mejora significativamente el proceso de sinterización convencional porque aumenta la velocidad de calentamiento y disminuye la necesidad de aditivos de ayuda a la sinterización; por tanto se reduce el crecimiento de grano debido a la velocidad a la que se produce la sinterización y por tanto se mejoran las propiedades mecánicas, físicas u ópticas del producto [3-4].

El funcionamiento y la puesta a punto de los equipos supone cierta dificultad dada la gran cantidad de variables implícitas (propiedades mecánicas y eléctricas de todos los componentes y su variación, tanto con la temperatura como ante campos eléctricos variables).

El objetivo perseguido en este trabajo es la creación y puesta a punto de un *modelo de elementos finitos* (MEF) del equipo SPS que posteriormente servirá para un mejor control del mismo. Para ello se modelará dos configuraciones diferentes en las que puede trabajar el equipo y se ajustará el modelo para obtener la rampa de calentamiento correcta, la evaluación del valor de los parámetros de un controlador PID (*proportional–integral–derivative controller*) y la evaluación de las distribuciones de temperatura y corriente para cada experimento. Los resultados obtenidos en el modelo han sido comparados con valores experimentales.

2. TRABAJO EXPERIMENTAL

Para obtener la pieza se parte de un polvo previamente pre-compactado a 2 MPa que se introduce en el equipo. El horno SPS aplica una compactación uniaxial máxima de 50 MPa al material en polvo pre-compactado junto con una corriente eléctrica pulsada. El flujo de corriente eléctrica que atraviesa la muestra depende de las características termoeléctricas tanto del material pulverulento a sinterizar como del resto de elementos del horno (camisa, troqueles...). El campo eléctrico produce por un lado un efecto Joule local que genera altas temperaturas a nivel local fomentando la densificación [5]. Sin embargo, las temperaturas alcanzadas en el interior de la muestra, no son medibles directamente sino que se emplea un pirómetro desde el exterior que apunta a la mitad de la camisa (ver componente G en la Figura 1) donde se aloja la muestra. Existe un gradiente de temperaturas desde la muestra hasta donde se realiza la medición. En

la bibliografía se han encontrado casos donde se ha demostrado que la temperatura en el interior de la muestra [6] es superior a la que se mide en el pirómetro como en el caso del titanio y otros [7] que han comprobado que la temperatura en la muestra es inferior a la medida en el pirómetro (como con carbono). La medición de la temperatura alcanzada en el interior del compacto que está sinterizando resulta imposible debido a la imposibilidad de incluir una sonda sin influir en el paso de la corriente, y por tanto, modificar las condiciones experimentales.

La simulación numérica por elementos finitos puede ser una herramienta útil para mejorar el proceso de sinterizado SPS y puede permitir evaluar con más certeza los resultados obtenidos [8-12]. Un correcto modelado supondría, además de una mejora de los resultados, una optimización de tiempos debido al descarte de posibles errores, además del consecuente ahorro en costes experimentales y sobre todo, puede estimarse las temperaturas alcanzadas en el interior de la muestra. El control de esa temperatura conlleva un control de la microestructura, y por tanto, un control de las propiedades de la muestra.

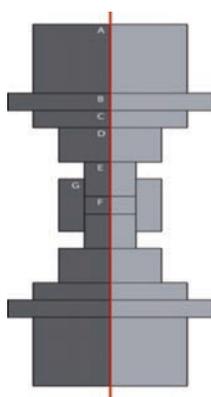
2.1. MODELO DEL HORNO SPS

La realización de éste trabajo se ha centrado en la comparación de las distribuciones de temperatura y corriente eléctrica obtenidas mediante los modelos con los resultados experimentales, prestando un especial interés a las etapas de introducción de potencial y en la rampa de calentamiento. Además, se ha estudiado el efecto causado por el modelado de contactos térmicos y eléctricos entre el disco, los troqueles y la camisa ya que para alcanzar una distribución de temperaturas homogénea es necesario que se produzca un contacto cercano al ideal entre el molde de grafito y los troqueles [14].

El horno de sinterización por plasma se compone de cuatro elementos clave: un sistema de prensado, una cámara de vacío, un generador de corriente eléctrica y un pirómetro que permite controlar las temperaturas alcanzadas en el sistema [15].

En el modelo se ha prestado especial atención a la parte central del conjunto, conformado por troqueles, compacto o muestra pre-compactada y camisa; aunque se ha modelado además los elementos secundarios que completan el horno (Figura 1).

Las simulaciones realizadas estudian el funcionamiento del horno para dos configuraciones diferentes. En el modelado sin compacto (configuración 1) se realiza el modelo sin la muestra (indicada con una F en la Figura 1) con el objeto de obtener valores inherentes al propio horno como son los efectos de los contactos térmicos o eléctricos, de esta forma, en las posteriores simulaciones conoceremos de partida las condiciones aportadas por el horno. En un segundo modelo, la configuración del horno de sinterizado será igual a la mostrada en la Figura 1 (configuración 2) empleando una muestra densa de grafito en el lugar correspondiente a la muestra pre-compactada de polvo. Con estos modelos lograremos fi-



Componente	Función	Diametro Externo (D) / Espesor (E)
A	Sistema de Refrigeración	D: 120mm; E: 90mm
B	Disco Grande.	D: 120mm; E: 20mm
C	Disco pequeño	D: 100mm; E: 20mm
D	Encastre de Troqueles	D: 60mm; E: 30mm
E	Troqueles	D: 20mm; E: 25mm
F	Muestra	D: 20mm; E: 3mm
G	Camisa (Alojamiento del pirómetro)	D: 40mm; E: 40mm

Fig. 1: Geometría del horno de sinterizado. Componentes y especificaciones

Los resultados experimentales de las dos configuraciones de prueba se realizaron en un equipo SPS (SPS-510CE, SPS Syntex Inc., Japan) perteneciente al grupo de Cerámica Técnica del Instituto de la Cerámica y Vidrio del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (ICV-CSIC).

nalizar la puesta a punto de nuestro modelo de horno para un material del que conocemos sus propiedades.

2.1.1. Configuración I. Horno sin muestra

En estos ensayos se suprime la muestra quedando los dos troqueles en contacto de forma que pueda cuantificarse de esta forma pérdidas o ganancias de temperatura debido a la configuración del horno.

El ensayo muestra una configuración en la que los troqueles del horno están en contacto, sin polvo compactado o compacto de sinterizado (Figura 2a).

En los experimentos se tuvieron en cuenta los parámetros de voltaje, intensidad, temperatura y presión aplicada, además de la presión de vacío propia de la cámara de experimento.

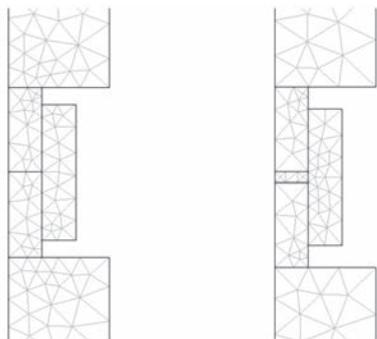


Fig. 2: Configuraciones del equipo SPS que han sido modeladas. a) Configuración I, sin muestra, b) Configuración II, con muestra

2.1.2. Configuración II. Horno con Disco de grafito

La configuración II introduce un disco de Grafito Grado 2230 de 20 mm de diámetro y 3 mm de altura según la Figura 2b. La homogeneidad de este material (frente al material pulverulento usual) permite evaluar la distribución de temperaturas y las resistencias de contacto eléctricas y térmicas sin considerar variables como presión de compactación ó la porosidad. De esta forma, se pretende ir aumentando al complejidad del modelo en sucesivas aproximaciones.

2.2. ENSAYOS REALES EN EQUIPO SPS

El material utilizado fue Grafito Grado 2230 (*Carbone Lorraine Composants*, Francia), un grafito de grano fino con alta conductividad térmica (112 W/m°C), alta resistencia eléctrica (1,125 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$), baja permeabilidad y una elevada resistencia al choque térmico y la erosión.

La corriente eléctrica es introducida a través de la cara superior de la unidad de refrigeración, tomando como tierra el extremo opuesto. El voltaje es transmitido por cada uno de los elementos que conforman el horno de forma simétrica [13]. En la distribución térmica y eléctrica incidirán además de los materiales las dimensiones del sistema.

El calentamiento del horno se realiza mediante la introducción de corriente eléctrica pulsada con la que se alcanza 1600°C a los 920s manteniendo a esa temperatura constante durante 3 minutos (180 s) y posterior enfriamiento libre sin aplicar corriente. La rampa de calentamiento aplicada (temperatura de consigna) tiene inicialmente una pendiente vertical donde el equipo no puede llevar el control, debido a que el pirómetro no empieza a medir hasta temperaturas

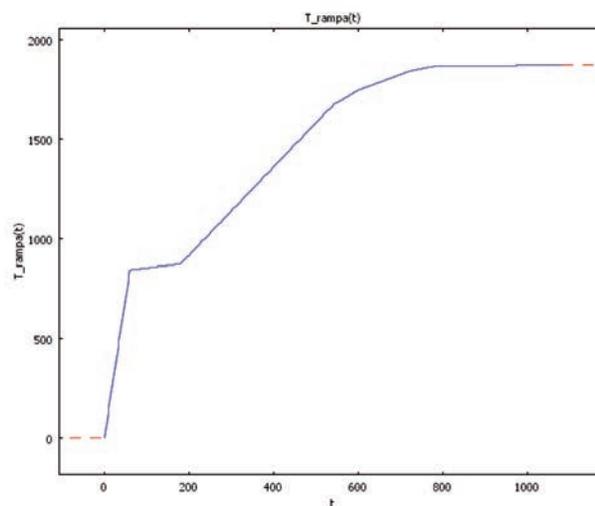


Fig. 3: Rampa de calentamiento preestablecida (Temperatura de consigna con el tiempo del ensayo). (Cortesía de P. Miranzo et al. del ICV-CSIC)

inferiores a los 1000°C. Durante este tramo de rampa, el equipo introduce toda la potencia porque la temperatura de consigna es mayor que la temperatura que mide el pirómetro (no mide). Una vez que el pirómetro detecta la temperatura es posible llevar un control de la velocidad de calentamiento de acuerdo a la temperatura de consigna. En la Figura 3 se muestra la rampa de calentamiento aplicada (consigna) donde se observa una zona de meseta, a temperatura inferior a 1000°C, empleada para dar tiempo al pirómetro a tomar el control.

Por ello, el equipo real emplea un pirómetro que enfoca en un orificio practicado en la pared de la camisa, según se observa en la Fig. 4, llega a la mitad del grosor de la pared y le sitúa a la altura de la muestra. La medida del pirómetro sirve de retroalimentación al controlador PID (*Proporcional / Integral / Derivativo*) [14] del horno para seguir la rampa de temperatura.

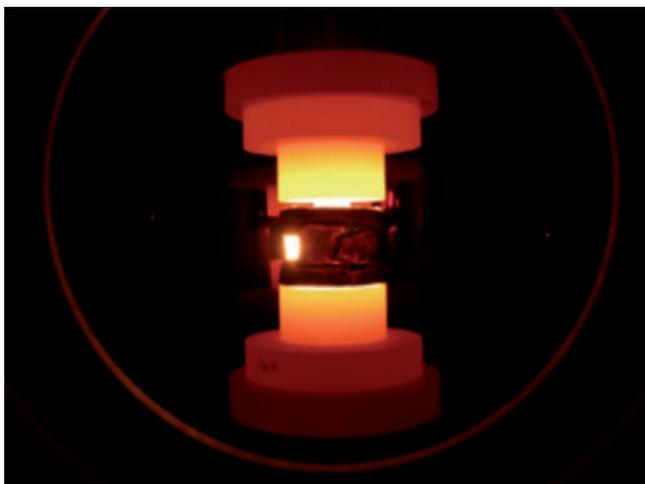


Fig. 4: Vista interior del horno en funcionamiento, donde se observa en el lado izquierdo de la camisa el agujero donde el pirómetro mide la temperatura. (Fotografía cortesía de P.Miranzo et al. del ICV-CSIC)

3.SIMULACIÓN

La simulación fue llevada a cabo mediante el uso del programa de simulación por elementos finitos COMSOL *Multiphysics* 3.5a.

La simulación de ambas configuraciones se realiza teniendo una temperatura inicial de 25 °C alcanzando a los 1100 s una temperatura entorno a los 1600 °C.

Para la simulación se debe resolver el problema de interacción entre la parte térmica y eléctrica, causantes del efecto Joule que se produce en el proceso [16-17] según la expresión:

$$q_e = E \cdot J \quad (1)$$

Donde E (V/m) y J (A/m²) son la intensidad de campo eléctrico y la densidad de corriente eléctrica respectivamente.

En primer lugar, el efecto de la transferencia de calor en el horno emplea la siguiente expresión:

$$rC_p \delta T / \delta t + \nabla \cdot (-k \nabla T) = Q + q_s T \quad (2)$$

Donde k (W/m.K) es la conductividad térmica; r (kg/m³) la densidad del material; C_p (J/kg.K) es el calor específico a presión constante; q_s (W/m³.K) es el coeficiente de absorción y Q (W/m³) la fuente de calor.

Podemos observar que los valores de cada uno de los parámetros son conocidos salvo la fuente de calor. Para que se produzca el efecto Joule, con un consecuente calentamiento por introducción de corriente eléctrica será necesario modelar el comportamiento eléctrico del sistema:

$$-\nabla \cdot (\sigma \cdot \nabla V - J^e) = Q_j \quad (3)$$

Donde J^e (A/m²) es la intensidad de corriente externa; σ (S/m) es la conductividad eléctrica del material; V (V) es el potencial al que se somete el equipo cuyo gradiente produce un campo eléctrico que al multiplicarlo por la conductividad del material da lugar a la corriente introducida y Q_j (A/m³) la fuente de corriente.

El calentamiento es producido por la imposición de un potencial, cuyo gradiente da lugar a un campo y a una corriente eléctrica que por efecto de la resistencia propia de los materiales mediante el efecto Joule da lugar a una energía en forma de calor que se distribuye siguiendo la ecuación del calor. Por tanto, la fuente de calor Q producida en el módulo eléctrico se debe integrar en la ecuación del calor juntando las ecuaciones (2) y (3) en (4) y operando posteriormente:

$$rC_p \delta T / \delta t + \nabla \cdot (-k \nabla T) = E \cdot J + q_s T \quad (4)$$

$$rC_p \delta T / \delta t + \nabla \cdot (-k \nabla T) = Q_j \cdot V + q_s T \quad (5)$$

$$rC_p \delta T / \delta t + \nabla \cdot (-k \nabla T) = [-\nabla \cdot (\sigma \cdot \nabla V - J^e)] \cdot V + q_s T \quad (6)$$

3.1. CONDICIONES DE CONTORNO

Para resolver el problema en ecuaciones diferenciales es necesario imponer unas condiciones de contorno tanto para la parte eléctrica como la parte térmica.

En primer lugar, la simulación es llevada a cabo teniendo en cuenta la simetría del horno en su componente vertical, por ello el modelado se reduce a la mitad del mismo, disminuyendo el tiempo de cálculo a elementos constantes o aumentando la precisión a tiempo constante. Los contornos que pertenecen a este eje serán tratados como ejes de simetría.

Las superficies exteriores de los componentes se suponen aislantes térmicas, ya que no se produce transmisión de calor por convección al trabajar en una cámara de vacío y suponemos la transmisión de calor por radiación despreciable. Por tanto:

$$-n \cdot (-k \nabla T) = 0 \quad (7)$$

Donde n es el vector normal a la superficie; k (W/m.K) es la conductividad térmica y T (K) la temperatura.

Se supone continuidad en los contactos de las piezas del sistema, produciéndose una transferencia de temperaturas regida por la siguiente Ecuación:

$$n_u \cdot (-k_u \nabla T_u) - n_d \cdot (-k_d \nabla T_d) = 0 \quad (8)$$

Donde n_u y n_d son los vectores normales a las dos superficies en contacto (superior e inferior), y que al producirse continuidad sus valores serán iguales con signo contrario.

De la misma forma, desde el punto de vista eléctrico las condiciones de contorno muestran de nuevo la existencia de un eje de simetría y las superficies exteriores serán también aislantes eléctricos, por ello:

$$n \cdot J = 0 \quad (9)$$

Las paredes interiores o contactos permitirán la continuidad de corriente eléctrica, por lo que la variación de intensidad de corriente será nula al contacto entre dos superficies, o lo que es lo mismo:

$$n \cdot (J_1 - J_2) = 0 \quad (10)$$

En este módulo las novedades principales serán precisamente la introducción de potencial, para ello se modelaran los extremos superior e inferior del modelo SPS según las ecuaciones (11) y (12) respectivamente.

$$V_{sup} = V_0 \quad (11)$$

$$V_{inf} = 0 \quad (12)$$

3.2. CONTACTOS

Se ha procedido también a simular las resistencias de contacto térmicas y eléctricas entre troqueles y camisa, además de los contactos existentes entre estos elementos y el disco de grafito.

Los contactos térmicos y eléctricos fueron determinados a través de las siguientes expresiones respectivamente:

$$-n_u \cdot (-k_u \nabla T_u) = k_{res} (T_d - T_u) / d_{res}, \quad n_d \cdot (-k_d \nabla T_d) = k_{res} (T_u - T_d) / d_{res} \quad (13)$$

$$(n \cdot J)_1 = s (V_1 - V_2) / d, \quad (n \cdot J)_2 = s (V_2 - V_1) / d \quad (14)$$

Donde k_{res} (W/m.K) es la resistencia térmica de contacto y s (S/m) la conductividad eléctrica de los mismos.

3.3. CONTROLADOR PID (PROPORCIONAL, INTEGRAL, DERIVATIVO)

Para lograr la simulación del control del proceso de sinterizado es necesario que el modelo por elementos finitos

también realice cálculos que determinen si es necesario o no aplicar potencia para que el valor de la temperatura de consigna y el valor medido por el pirómetro coincidan. El modelo del horno de sinterización integra un mecanismo que simula un bucle de control cerrado mediante un mecanismo proporcional que calcula el error entre un valor tomado de la malla en el punto donde mide el pirómetro y el valor que se quiere obtener en la rampa de calentamiento que se almacena en una variable [18]. El horno realiza una comparación entre las medidas que toma del pirómetro y los valores que debe alcanzar; aportando mayor intensidad de corriente eléctrica o disminuyendo el valor conforme se necesite mayor o menor temperatura para el siguiente paso de cálculo.

El voltaje es ajustado a través de la siguiente expresión:

$$\Delta\phi = -\alpha \cdot (\theta_{punto} - \theta_{establecida}) \quad (16)$$

Donde $\Delta\phi$ (V) es la diferencia de potencial aplicada en los extremos de la matriz; α (V/K) es un parámetro corrector, θ_{punto} (K) es la temperatura medida en el punto interior de la camisa y $\theta_{establecida}$ (K) es la temperatura establecida a alcanzar.

El parámetro corrector α será regulable de forma que nos permita obtener resultados paralelos a la experimentación, representando la ganancia del sistema a través de un ciclo cerrado.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. CONFIGURACIÓN I. HORNO SIN MUESTRA

La Figura 5 muestra los valores del voltaje introducido por la simulación en función del tiempo junto con los datos experimentales procedentes del horno de sinterización SPS del ICV-CSIC. Sin resistencias de contacto el potencial introducido es menor, de acuerdo con la continuidad establecida, alcanzando valores máximos próximos a los 3,6 V, mientras que con la introducción de contactos térmicos y eléctricos obtenemos valores de voltaje máximos entorno a 4,9 V, obviando el ajuste inicial de la simulación. Se considera, por tanto, la introducción de resistencias de contacto para el resto de los modelos sabiendo que estas repercuten en el ajuste del potencial introducido. Si bien el voltaje empleado en el modelo y el voltaje real pasados 600 s es próximo; hasta alcanzar ese tiempo, el modelo y el equipo real difieren. Esta diferencia se debe por un lado a que el equipo real donde estamos realizando los ensayos tiene ciertos límites que no tiene el modelo en cuanto a capacidad para aumentar bruscamente el voltaje a cada segundo. Se observa igualmente que el modelo alcanza inicialmente la temperatura de consigna antes que el modelo real, y por eso posteriormente pasa un tiempo introduciendo 0 V hasta que la rampa de consigna le vuelve a indicar la introducción de voltaje. Entre 200 s y 600 s el voltaje introducido por el modelo es próximo al promedio que introduce el equipo real.

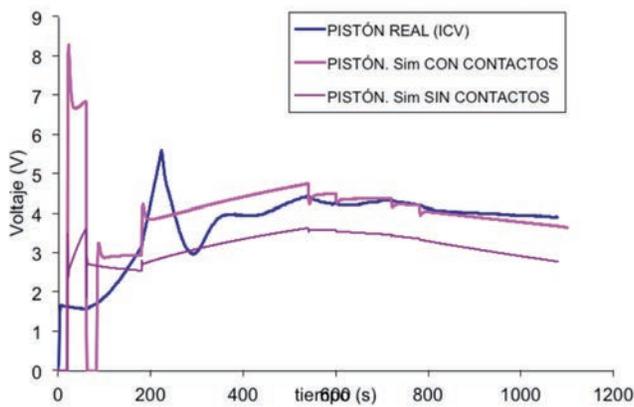


Fig. 5: Evolución del voltaje introducido a lo largo del tiempo de ensayo y simulación. Se muestra una comparación entre los datos de voltaje introducido en el equipo SPS con las simulaciones realizadas para el horno sin compacto de sinterizado con y sin contactos y con disco de grafito con contactos. (Datos Reales del equipo SPS cortesía de P.Miranzo et al. del ICV-CSIC)

La Figura 6 muestra la variación de temperatura con el tiempo tanto en el horno simulado con (Rampa Sim CON CONTACTOS) y sin resistencias de contacto (Rampa Sim SIN CONTACTOS), junto a los puntos de control del modelo real (Rampa ICV). Se puede observar que las temperaturas simuladas en ambos modelos y las medidas en el pirómetro (θ_{punto}) situado en el interior de la camisa de grafito tanto en ensayos reales como en la simulación son muy próximas. Esto es así porque el modelo, que no tiene en cuenta los contactos, alcanzaba el perfil de temperaturas de consigna empleando menos voltaje, y por eso se introdujeron las resistencias de contacto. Se comprueba que, tanto en el modelo simulado con resistencia de contactos como el que no lleva incorporadas las mismas, la temperatura se adecua al perfil y que el propio modelo regula su comportamiento aumentando el voltaje como se ha visto anteriormente. Del mismo modo esta comparativa demuestra que la simulación de un controlador PID introducido en el modelo es correcto.

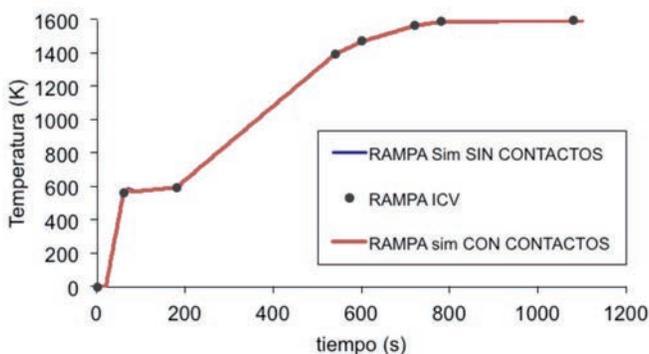


Fig. 6: Comparativa de la evolución de temperaturas respecto a la rampa de calentamiento de consigna establecida por el ICV

En la Figura 7 se representan las temperaturas obtenidas en la zona central del equipo SPS modelado por FEM

medidas en grados Celsius. Puede comprobarse que, a pesar de obtener las mismas temperaturas en la camisa del horno, la distribución de temperaturas en el interior del equipo es distinta cuando se introduce la existencia de resistencias de contacto. La existencia de resistencias de contacto puede hacer que la diferencia entre la temperatura medida en la mitad de la camisa y la temperatura real en el interior del troquel alcance valores de hasta en 200°C.

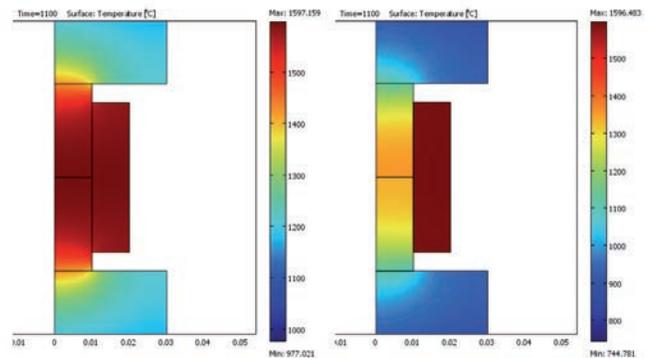


Fig 7: Temperaturas alcanzadas a los 1100s en la configuración I (sin compacto de sinterizado ni disco de grafito). Izquierda: Temperaturas (°C) sin contactos, donde se aprecia un menor gradiente de temperaturas entre la camisa y los troqueles; derecha, temperaturas (°C) con contactos térmicos y eléctricos donde se observa un mayor gradiente térmico entre troqueles y camisa.

4.2. CONFIGURACIÓN II. HORNO CON DISCO DE GRAFITO

Para esta segunda configuración se tuvo en cuenta las resistencias de contacto estimadas en la configuración I y se introdujeron en esta configuración. Esta configuración tiene un disco de grafito entre los troqueles cuyas propiedades conocemos, el resto de la geometría es semejante a la configuración I con resistencia de contacto (ver Figuras 2 y 8). El cambio de geometría influye en la distribución de temperaturas y potencial eléctrico, ya que se comprueba que ambas configuraciones dan lugar a diferentes gradientes y distribuciones de temperatura en el interior como se observa en la Figura 8.

Se observa que la temperatura alcanzada en la camisa del modelo está en torno a los 1595-1600°C y que no sufre gran variación en ambas configuraciones debido a que el nodo donde se pone el “pirómetro virtual” es coincidente en ambos casos, por ello la camisa refleja una distribución de temperaturas similar a la rampa preestablecida.

La evolución del perfil de temperaturas en la simulación con compacto de grafito y resistencias se muestra en la Figura 9. El calentamiento durante los primeros instantes ($t=25s$) hacen que el equipo introduzca un elevado potencial eléctrico presentando mayores temperaturas en troqueles y disco que en la camisa. El controlador virtual se encarga de ajustar progresivamente las temperaturas, alcanzando a los 1100 s en la camisa un gradiente similar al preestablecido, mientras que en el interior del disco se obtienen temperaturas de 1340°C, 150°C por debajo de la camisa.

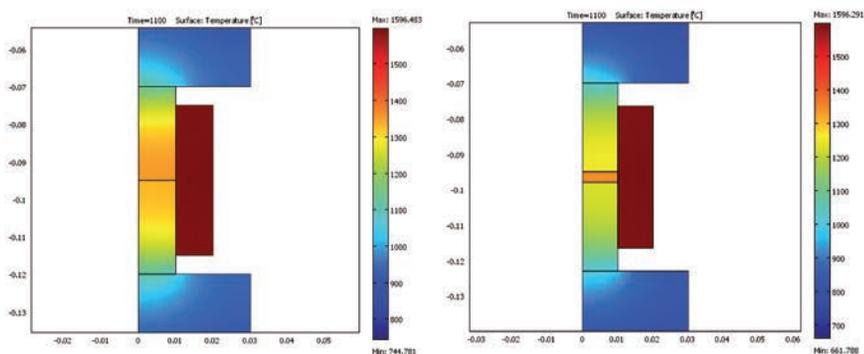


Fig. 8: Variación de la distribución de temperaturas a los 1100s en la región compacto-troqueles-camisa en función de la configuración geométrica. En ambas configuraciones el horno es simétrico respecto del eje vertical y se han empleado resistencias de contacto. Izquierda: distribución de temperaturas (°C) a los 1100s del equipo en configuración I; derecha: distribución de temperaturas (°C) a los 1100s del equipo en configuración II, con disco de grafito y resistencias térmicas.

Del resultado de esta configuración se observa que el disco de grafito experimenta gradientes de temperatura en las direcciones vertical y horizontal, como muestra la Figura 10. En la bibliografía se han observado experimentalmente la existencia de estos gradientes en muestras de nitruro de silicio dadas sus características alotrópicas [19-20].

En el plano horizontal la temperatura se eleva a lo largo del radio de la muestra, siendo la mayor temperatura en el borde de la muestra. En el caso particular del grafito la variación de temperaturas es de 3,5 °C, que si bien es inferior a lo obtenido experimentalmente, si está en consonancia por la forma del perfil con las medidas reales, donde se observan mayores temperaturas en el canto de las probetas. Si bien este gradiente de temperaturas es insignificante en esta muestra, debido a que es un buen conductor eléctrico y térmico, en materiales con peores conductividades este gradiente puede ser significativamente mayor.

En el plano vertical se observa un aumento de la temperatura en el centro de la muestra, siendo inferior en las superficies superior e inferior de las muestras. El resultado

experimental muestra un perfil semejante pero con un gradiente entre el centro y las superficies de la probeta muy inferiores a los medidas experimentalmente.

5. CONCLUSIONES

En el presente trabajo hemos analizado los gradientes de temperatura de un equipo SPS teniendo en cuenta la interacción termoeléctrica (*Efecto Joule*) producido en el mismo. Para obtener en la simulación los mismos valores de potencial que los obtenidos experimentalmente ha sido necesario la introducción de resistencias de contacto

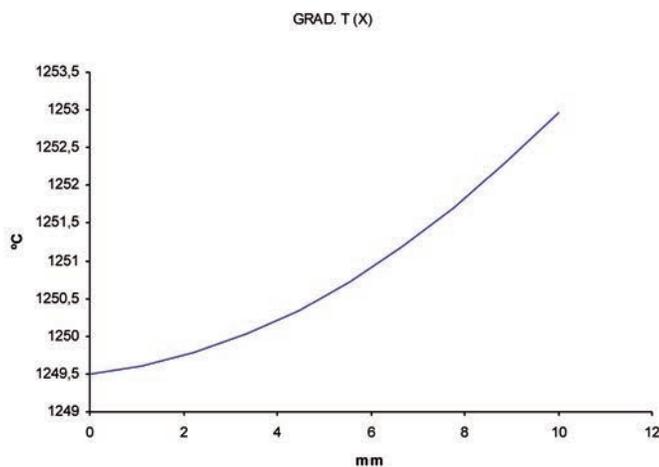


Fig. 10: Temperaturas observadas a lo largo del radio de la compacto de grafito de la configuración II. Se observa que la temperatura obtenida en el centro es inferior en 3 grados a la obtenida en el extremo radial de la probeta.

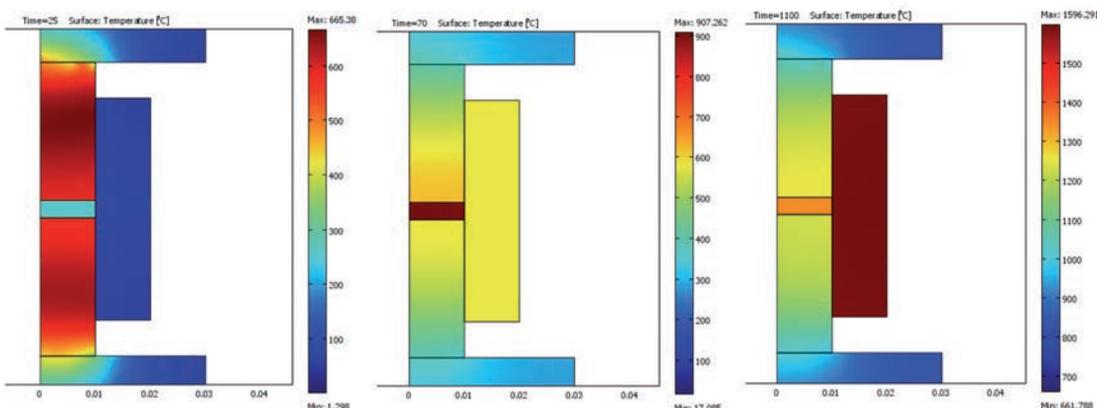


Fig. 9: Evolución de la temperatura en la simulación del conjunto de disco, troqueles y camisa en función del tiempo (25s, 70s, 1100s)

tanto térmicas como eléctricas. Se ha conseguido simular el controlador PID en su parte proporcional obteniendo un equipo simulado que se comporta igual que el equipo real en cuanto a la curva de calentamiento y voltaje necesario para obtenerla (a tiempos alejados del arranque del equipo). La simulación de resistencias de contacto provoca mayores diferencias de temperaturas entre troqueles, disco y camisa. En la simulación con disco de grafito encontramos que es en la camisa donde se alcanzan las mayores temperaturas, similares a las preestablecidas por la rampa de temperatura de consigna, observándose una diferencia entre el disco y la camisa cercana a los 150 °C.

De acuerdo a los resultados obtenidos, la programación de la rampa de temperaturas del horno de sinterización SPS no coincide a altas temperaturas con la rampa de temperaturas que experimenta la muestra a sinterizar, pudiendo alcanzarse diferencias de hasta 150°C entre la temperatura medida por el pirómetro y la temperatura real de la muestra. La diferencia de temperatura entre lo que indica el programa y la experimentada por la muestra depende tanto de las resistencias de contacto entre las partes del equipo como de la conductividad térmica de la propia muestra. En general, a mayor resistencia de contacto o menor conductividad mayor diferencia de temperatura por lo que es importante asegurarse un adecuado contacto entre todos los elementos sobre todo en materiales de baja conductividad térmica.

6. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación Español (MICINN) en el marco del proyecto MAT2009-09600. También queremos agradecer la participación del grupo de Cerámica Técnica del Instituto de Cerámica y Vidrio del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (ICV-CSIC) por la cesión de datos experimentales que nos ha permitido cotejar el modelo.

7. BIBLIOGRAFIA

- [1] K. Ozaki, K. Kobayashi, T. Nishio, A. Matsumoto, A. Suyiyama, "Trends in Advanced SPS Spark Plasma Sintering Systems and Technology", *J. Jpn. Soc. Powder Metall.*, No. 47, 2000, p. 293.
<http://dx.doi.org/10.2497/jjsspm.47.293>
- [2] R. Orru, R. Licheri, A.M. Locci, A. Cincotti, G. Cao, "Consolidation/Synthesis of Materials by Electric Current Activated/Assisted Sintering" *Mater.Sci.Eng. R.* 2009. Vol. 63, p.127-287
<http://dx.doi.org/10.1016/j.mser.2008.09.003>
- [3] N. Tamari, T. Tanaka, K. Tanaka, I. Kondoh, M. Kawahara, M. Tokita, "Usefulness of Spark Plasma Sintering on Silicon Carbide", *J. Ceram. Soc. Jpn.* 103 (1995) 740.
<http://dx.doi.org/10.2109/jcersj.103.506>
<http://dx.doi.org/10.2109/jcersj.103.740>
<http://dx.doi.org/10.2109/jcersj.103.199>
- [4] J.R Groza, "Field Assisted Sintering", *ASM Handbook*, vol 7, Powder Metallurgy, 1998, pp. 583-589.

- [5] P.Miranzo, J. González-Julián, M.I. Osendi, M. Belmonte, "Enhanced particle rearrangement during liquid phase spark plasma sintering of silicon nitride-based ceramics", *Ceramics International*. 2011. Vol 37.p.159-166
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.08.019>
- [6] K.Matsugi, H. Kuramoto, T. Hatayama, O. Yanagisawa, J. Mater. P4rocess Technol. 146 (2004) 274-281
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2003.11.002>
- [7] A.Kamiya, J. Mater. Sci. Lett. 17 (1998) 49-51
<http://dx.doi.org/10.1023/A:1006593624547>
- [8] G. Maizza, S. Grasso, Y. Sakka, "Moving finite-element mesh model for aiding spark plasma sintering in current control mode of pure ultrafine WC powder", *Journal of Materials Science*, No. 44, 2009, pp. 1219-1236.
<http://dx.doi.org/10.1007/s10853-008-3179-8>
- [9] Zhiqun Guo, Gurdial Blugan, René Kirchner, Mike Reece, Thomas Graule, Jakob Kuebler, "Microstructure and electrical properties of Si3N4-TiN composites sintered by hot pressing and spark plasma sintering", *Ceramics International*, No. 33, 2007, pp. 1223-1229.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2006.03.029>
- [10] J.A Schneider, A.K Mukherjee, K. Yamazaki, K. Shoda, "Mechanisms of plasma assisted sintering in the Si3N4 ceramic system", *Materials Letters*, No. 25, 1995, pp. 101-104.
[http://dx.doi.org/10.1016/0167-577X\(95\)00152-2](http://dx.doi.org/10.1016/0167-577X(95)00152-2)
- [11] Jan Räthel, Mathias Herrmann, Wieland Beckert, "Temperature distribution for electrically conductive and non-conductive materials during Field Assisted Sintering (FAST)", *Journal of the European Ceramic Society*, No. 29, 2009, pp. 1419-1425.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.09.015>
- [12] Cao Wang, Laifei Cheng, Zhe Zhao, "FEM analysis of the temperature and stress distribution in spark plasma sintering: Modelling and experimental validation", *Computational Materials Science*, No. 49, 2010, pp. 351-362.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2010.05.021>
- [13] X. Wang, S.R. Casolco, G. Xu, J.E. Garay, "Finite element modelling of electric current-activated sintering: The effect of coupled electrical potential, temperature and stress", *Acta Materialia*, No. 55, 2007, pp. 3611-3622.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.022>
- [14] Antonios Zavaliangos, Jing Zhang, Martin Kramer, Joanna R. Groza, "Temperature evolution Turing field activated sintering", *Materials Science and Engineering*, No. 379, 2004, pp. 218-228.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.052>
- [15] Jing Zhang, Antonios Zavaliangos, Martin Kraemer, Joanna Groza, "Finite element simulation of thermal and electrical fields in field activation sintering", *International Conference on Process Modeling in Powder Metallurgy Et Particulate Materials*, Newport Beach, CA, November 1-3, 2002.
- [16] L. Minier, S. Le Gallet, Yu. Grin, F. Bernard, "Influence of the current flow on the SPS sintering of Ni powder", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 508, 2010, pp. 412-418.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.08.077>
- [17] Devesh Tiwari, Bikramjit Basu, Koushik Biswas, "Simulation of thermal and electric field evolution during spark plasma sintering", *Ceramics International*, No. 35, 2009, pp. 699-708.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2008.02.013>
- [18] M. Belmonte, M.I. Osendi, P.Miranzo, "Modeling the effect of pulsing on the spark plasma sintering of silicon nitride materials", *Scripta Materialia*, No. 65, 2011, pp. 273-276.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.04.029>
- [19] Manuel Belmonte, Jesús Gonzalez-Julian, Pilar Miranzo, Maria Isabel Osendi, "Continuous in situ functionally graded silicon nitride materials", *Acta Materialia*, No. 57, 2009, pp. 2607-2612.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2009.01.043>
- [20] M. Belmonte, J. Gonzalez-Julian, P. Miranzo, M.I. Osendi; "Spark plasma sintering: A powerful tool to develop new silicon nitride-based materials"; *Journal of the European Ceramic Society*, vol 30, 2010, pp. 2837-2946.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2010.01.025>