

## USO DE DINÁMICA DE FLUIDOS COMPUTACIONAL PARA EL ESTUDIO DE LA FORMACIÓN DE PLATEAU EN CELDAS DE PUNTO FIJO DE INDIO

Juan David Hernández<sup>(1)</sup>, Andrés Jhovanny Bohorquez<sup>(2)</sup>, Héctor Fabio Castro<sup>(1)</sup>, Ciro Alberto Sánchez<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup>Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá D.C, Avenida Carrera 30 #45-03

<sup>(2)</sup>Instituto Nacional de Metrología: Avenida Carrera 50 #26-55 Int. 2 CAN

<sup>(1)</sup>+57 3166288936 judhernandezra@unal.edu.co

**RESUMEN:** Se desarrolló un modelo computacional que permite obtener la distribución de temperatura dentro del crisol en celdas de punto fijo de indio. Se realizó una validación del modelo al comparar con los datos experimentales de una celda de punto fijo en el Instituto Nacional de Metrología (INM) y luego se obtuvo la curva de solidificación al realizar variaciones en la geometría del crisol. Se encontró que el tiempo de duración de plateau aumenta cuando la separación entre el fondo del termopozo y el crisol es mayor y cuando la altura del material de referencia dentro del crisol es más grande. Además, la diferencia entre el punto de solidificación de la celda de punto fijo y el valor de referencia de la EIT-90 disminuye cuando la distancia entre el borde externo del termopozo y el borde interno lateral del crisol es mayor.

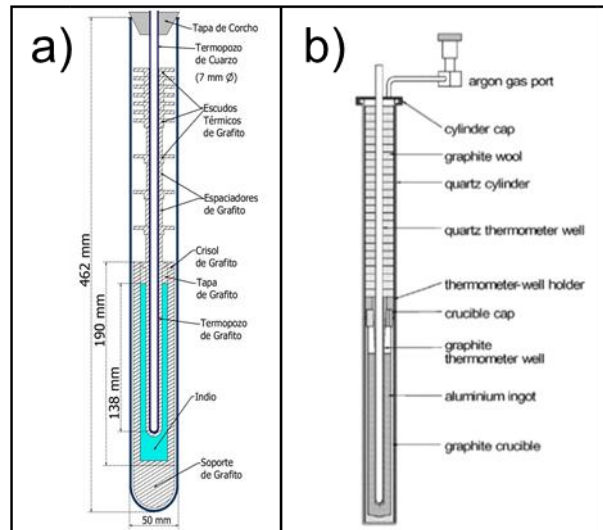
### 1. INTRODUCCIÓN

La Escala Internacional de Temperatura de 1990 (EIT-90) se formuló para realizar mediciones de temperatura de forma precisa y garantizando su reproducibilidad. La EIT-90 está compuesta por 16 puntos fijos definidos en base a transiciones de fase de sustancias puras [1].

En el intervalo de temperaturas comprendido entre 302.91 K hasta 1357.77 K, la EIT-90 toma como puntos fijos la temperatura de solidificación de diferentes metales, en particular, a una temperatura de 429.7485 K se encuentra el punto de solidificación del indio.

La reproducibilidad de estos puntos fijos se logra gracias a un sistema conocido como celda de punto fijo, la cual consiste en un conjunto de piezas y accesorios ensamblados para encerrar de forma hermética una cantidad determinada de un elemento de alta pureza y aislado termodinámicamente del ambiente [2]. Las celdas de punto fijo están diseñadas para permitir la inserción de termómetros de resistencia de platino para monitorear los procesos de fundición y solidificación del material.

Las celdas de punto fijo que utilizan la solidificación de metales como punto de referencia, poseen una estructura similar a la que se muestra en la **Fig. 1**, donde se observa que el crisol, la tapa del crisol, el termopozo y los escudos térmicos están hechos de grafito, mientras que la cubierta junto con el tubo que recubre el termómetro de resistencia de platino, suele ser de cuarzo, vidrio tipo borosilicato o sílica fundida. Adicionalmente, el material de referencia debe poseer una pureza de al menos 99.999 % para celdas que se encuentren por temperaturas debajo de 420 °C y de mínimo 99.9999% para celdas por encima de este valor de temperatura, por su parte el grafito debe poseer una pureza de al menos 99.95 % [2].



**Fig. 1:** a) Celda de punto fijo de indio cerrada construida en el Instituto Nacional de Metrología (INM). b) Celda de punto fijo de aluminio abierta de la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) [2].

Debido al alto costo y que se espera que estas celdas de punto fijo cada vez tengan una precisión mayor, se han desarrollado en los últimos años simulaciones basadas en algoritmos de dinámica de fluidos computacional, con el fin de determinar la geometría y materiales más eficientes que permitan obtener una menor incertidumbre en las mediciones de temperatura y una mayor duración del plateau antes de ser construidas [3-5]. Para la simulación de la fusión o solidificación de los metales de alta pureza, se encuentran dos modelos principales: El modelo de calor específico aparente [3] y el modelo de entalpía-porosidad [4,5].

Actualmente, el Laboratorio de Temperatura y Humedad del Instituto Nacional de Metrología (INM) se encuentra en la tarea de diseñar y construir celdas de punto fijo con el fin de fortalecer el proceso de investigación, desarrollo e innovación ya que la mayoría de las celdas de punto fijo del INM, han sido adquiridas de proveedores externos.

En este orden de ideas, el desarrollo de una herramienta computacional para determinar la geometría óptima del crisol en celdas de punto fijo permitirá realizar un diseño adecuado que garantice una duración mayor del plateau y una mejor reproducibilidad de los puntos fijos de la EIT-90 en el INM.

## 2. DESARROLLO/DESCRIPCIÓN

### 2.1. Curva de Solidificación en Celdas de Punto Fijo

El punto de solidificación del indio se evidencia una vez se reproduzca la zona de plateau, la cual corresponde a la sección F de la **Fig. 1**. La zona de plateau es una curva isotérmica que se presenta durante el proceso de solidificación. En celdas de punto fijo de indio, el valor de la temperatura indicada por un termómetro cuando la celda se encuentra en el plateau es reproducible hasta  $0.1 \text{ mK}$ . La duración del plateau es del orden de 10 h [2] (**Fig. 2G**) con una incertidumbre expandida asociada entre  $0.7$  hasta  $3 \text{ mK}$  [6].

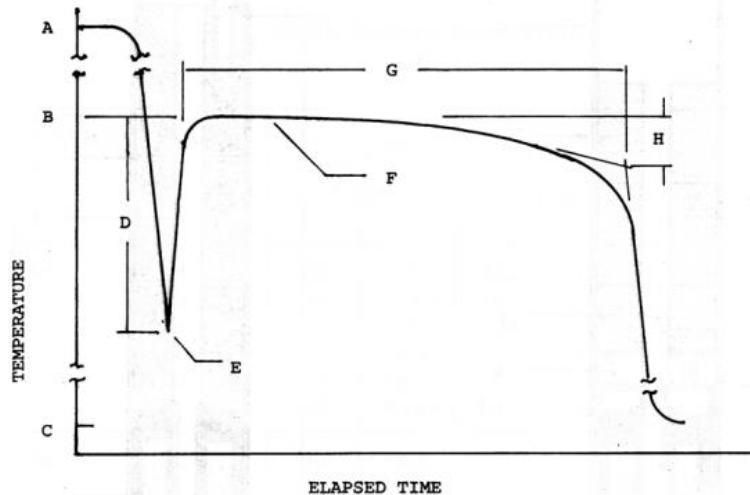


Fig. 2: Curva de solidificación de metales puros [7].

El procedimiento experimental para obtener la curva de solidificación se describe a continuación:

- Se introduce un termómetro de resistencia de platino en el termopozo de cuarzo.
- Se incorpora la celda junto con el termómetro dentro de un horno tipo 'heat pipe' y se somete a una temperatura de 157.5 °C, es decir 0.9 °C por encima de la temperatura de fusión nominal (156.598 5 °C), durante 12 h.
- Cuando el material se encuentre completamente fundido, se modifica la temperatura del horno a 155 °C.
- La temperatura del material descenderá (**Fig. 2D**) hasta que se produzca el fenómeno de recalcancia (**Fig. 2E**), en ese momento se extrae el termómetro de resistencia de platino y se incorpora una varilla a temperatura ambiente durante 2 min para realizar el proceso conocido como la solidificación interna ("inner-freeze", en inglés), es decir, la formación de una capa delgada de indio en estado sólido alrededor del termopozo de grafito.
- Luego de 2 min se reemplaza la varilla por el termómetro de resistencia de platino y se lleva el horno a una temperatura aproximadamente 0.1 °C por debajo de la temperatura de solidificación esperada (156.50 °C). Esto garantizará que el sistema alcance el plateau de solidificación.

## 2.2. Modelo Matemático de la Solidificación de Metales Puros

En 1987 V.R. Voller y C. Prakash hicieron una descripción detallada de las ecuaciones que gobiernan este fenómeno para realizar análisis del desplazamiento de la región líquida y sólida de un metal que se está fundiendo o solidificando [8]. Se hacen dos primeras aproximaciones iniciales: Suponer que el fluido es incompresible y que la velocidad de la fase sólida es cero, es decir que no se desplaza por la fuerza de empuje de la fase líquida, matemáticamente estas suposiciones se representan según las **ecuaciones (1) y (2)**.

$$\nabla \cdot \mathbf{u} = 0 \quad (1)$$

$$\vec{u} = \begin{cases} \vec{u} & \text{si } T > T_{melt} + \epsilon \\ \vec{u}(1 - F_s) & \text{si } T_{melt} - \epsilon < T < T_{melt} + \epsilon \\ 0 & \text{si } T < T_{melt} - \epsilon \end{cases} \quad (2)$$

La **ecuación (2)** indica que la velocidad del sistema solo es diferente de cero cuando la temperatura de cierta región es mayor que la temperatura de fundición, es decir que se encuentra en estado líquido. Además, en temperaturas cercanas a la temperatura de fundición, la velocidad del metal esta multiplicada por un factor conocido como la 'porosidad', la cual satisface que  $0 < 1 - F_s = \lambda < 1$ .

Por otro lado, se utiliza un parámetro  $\epsilon$  para otorgar un ancho a la temperatura de fundición, esto se hace principalmente para evitar que haya divergencias al momento de realizar cálculos numéricos.

Las ecuaciones de conservación en este sistema se explican a continuación.

### 2.2.1. Conservación de la masa

Se realizó una simulación numérica bidimensional, de manera que la relación de conservación de masa viene dada por la **ecuación (3)**.

$$\frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0 \quad (3)$$

Con  $u$  y  $v$  siendo las velocidades en  $x$  y  $y$ , respectivamente.

### 2.2.2. Conservación del momentum

La ecuación de conservación de momentum en el fluido viene dada por la **ecuación (4)**.

$$\rho \frac{\partial u_i}{\partial t} + \rho \nabla \cdot (\vec{u} u_i) = -\frac{\partial p}{\partial x_i} + \mu \nabla^2 u_i + \rho \beta \bar{g} (T - T_{ref}) - \frac{(1 - g_l)^2}{g_l^3} \vec{u} \quad (4)$$

donde  $u_1 = u$  y  $u_2 = v$ ,  $\rho$  es la densidad del medio,  $\mu$  es la viscosidad dinámica y  $g_l$  la fracción líquida.

### 2.2.3. Conservación de la energía

La transferencia de calor del sistema se da de forma difusiva y convectiva, por lo tanto, la relación de conservación de la energía viene dada por la **ecuación (5)**.

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} + \rho c_p \nabla \cdot (\vec{u} T) = \nabla \cdot (k \nabla T) - \rho L \left( \frac{\partial g_l}{\partial t} + \nabla \cdot (\vec{v} g_l) \right) \quad (5)$$

siendo  $c_p$  la capacidad calorífica a presión constante y  $L$  el calor latente.

## 2.3. Geometría del Crisol y Condiciones de Frontera

La geometría del sistema y sus correspondientes condiciones de frontera, se observan en la **Fig. 3**, donde el área rayada y el área sombreada de gris corresponden al grafito y el indio, respectivamente. El crisol posee forma cilíndrica y para la simulación bidimensional se asume simetría axial, la pared exterior del crisol se encuentra a temperatura constante como se observa típicamente en hornos tipo 'heat pipe'.

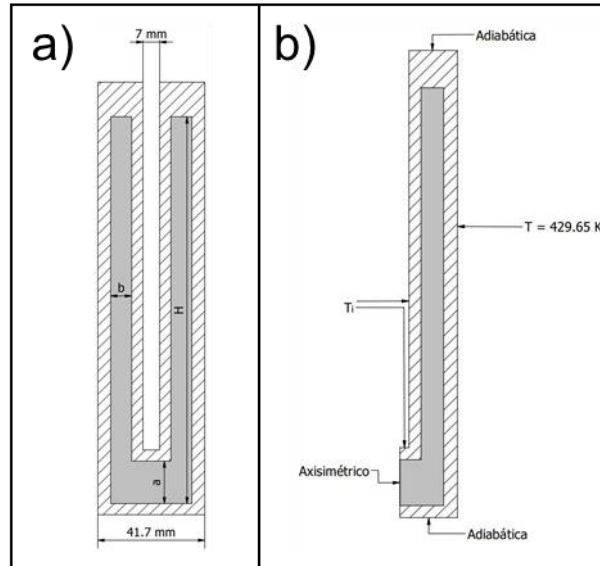


Fig. 3: Geometría y condiciones de frontera del crisol.

Además, la condición de frontera de la pared externa del termopozo  $T_i$  viene dada por la ecuación (6).

$$T_i = \begin{cases} 293.15 \text{ K} & \text{cuando } 0 \text{ s} \leq t \leq 120 \text{ s} \\ 429.6 \text{ K} & \text{cuando } 120 \text{ s} \leq t \end{cases} \quad (6)$$

Esta relación corresponde a la inserción de la varilla a temperatura ambiente para formar la solidificación interna.

Se realizaron 7 curvas de solidificación variando las dimensiones de los parámetros  $a$ ,  $b$  y  $H$ . Luego se determinó la duración del plateau, y la diferencia del valor de la temperatura respecto al punto de solidificación del indio en la EIT-90.

Las simulaciones se realizaron asumiendo que ya había ocurrido el proceso de recalcencia ya que es un fenómeno de carácter microscópico y el modelo utilizado no contempla este tipo de interacciones [8].

Además, se asume que la temperatura inicial del sistema es  $428.90 \text{ K}$ , que corresponde a la temperatura donde usualmente se observa el proceso de recalcencia en la celda de punto fijo de indio del INM.

Las propiedades termodinámicas del indio y grafito utilizadas en la simulación se encuentran en la **Tabla 1**.

Propiedad Física	Indio	Grafito
Densidad ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	7310 [9]	1800
Masa molecular ( $\text{g}/\text{mol}$ )	114.818 [9]	12.011
Conductividad térmica ( $\text{W}/(\text{K}\cdot\text{m})$ )	86.0 [9]	121.1
Capacidad calorífica ( $\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$ )	233.0 [9]	706.9
Viscosidad dinámica ( $\text{Pa}\cdot\text{s}$ )	0.0017 [9]	-
Calor latente ( $\text{J}/\text{kg}$ )	28470 [9]	-

**Tabla 1:** Propiedades físicas del indio y grafito utilizadas en la simulación.

Las propiedades termodinámicas del grafito se obtuvieron a partir del certificado del proveedor de grafito que se utiliza en la celda de punto fijo de indio del INM.

## 2.4. Software

Se utilizó el software libre de dinámica de fluidos computacional OpenFOAM® v8, en el cual se encuentra el algoritmo BuoyantPimpleFoam que permite calcular la velocidad, presión y temperatura de fluidos viscosos junto con la librería MeltingSolidificationSource para incluir el proceso de solidificación del indio. Estos dos recursos resuelven en simultáneo las ecuaciones descritas en la sección 2.2.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

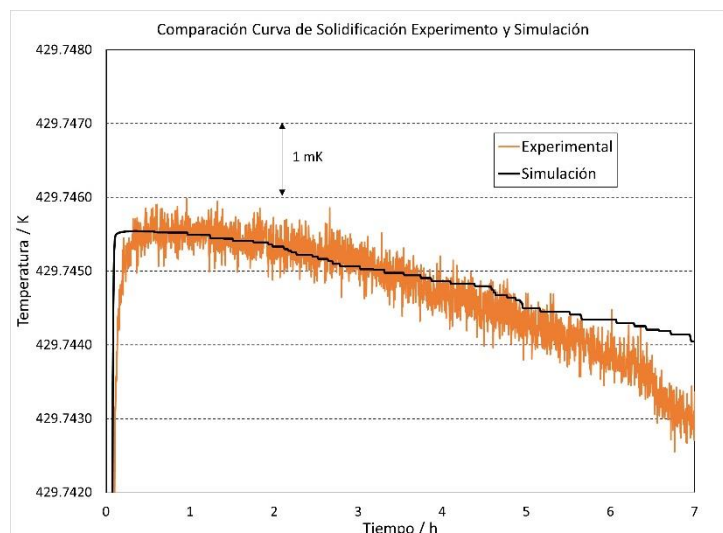
### 3.1. Validación del Algoritmo

Se simuló la curva de solidificación utilizando las dimensiones del crisol de la celda de punto fijo cerrada de indio del INM (celda 1 de la **Tabla 2**) para comparar los resultados como se muestra en la **Fig. 4**.

Además, se calculó el error absoluto promedio mediante la **ecuación (7)**.

$$E_{abs} = \sum_{i=1}^N \frac{|T_{sim} - T_{exp}|}{N} = 0.82 \text{ mK} \quad (7)$$

Se encontró que la simulación permite reproducir los resultados experimentales con una diferencia promedio de  $0.82 \text{ mK}$  lo cual se encuentra dentro del valor de la incertidumbre combinada que se encuentra en este tipo de celdas [2].



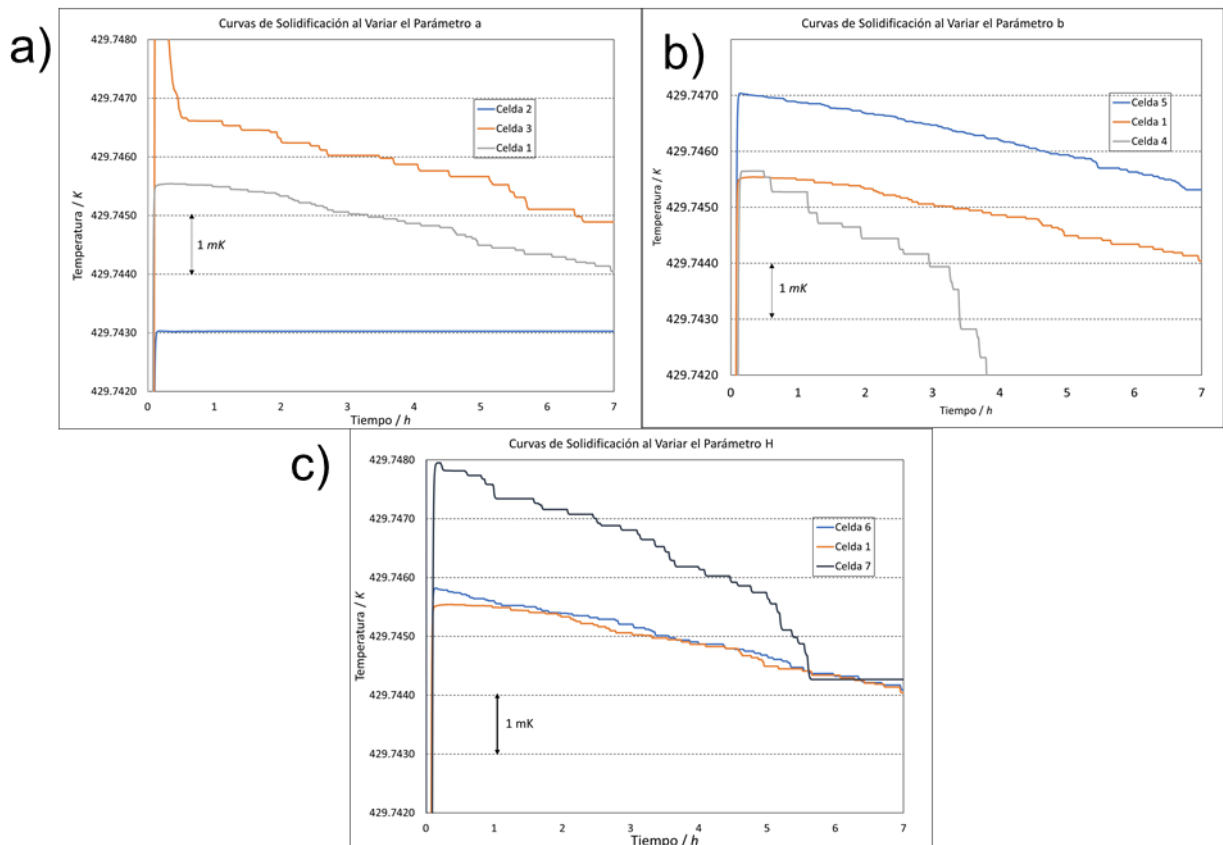
**Fig. 4:** Curva de solidificación experimental y simulada de la celda de punto fijo de indio.

### 3.2. Curva de Solidificación en Distintas Geometrías

En la Fig. 5 se muestran las curvas de solidificación al variar los parámetros a, b y H según la Tabla 2. El final del plateau de las curvas se tomó cuando la temperatura varió 1 mK respecto al inicio de la curva de solidificación

Celda	a (mm)	b (mm)	H (mm)	Duración del Plateau (h)	T-T <sub>90</sub> (mK)
1	22.42	5.74	165.5	5.16	-3.36
2	10	5.74	165.5	0	-5.5
3	50	5.74	165.5	5.3	-2.18
4	22.42	2.00	165.5	1.8	-3.47
5	22.42	8.00	165.5	4.55	-1.9
6	22.42	5.74	200.00		
7	22.42	5.74	110.00	2.40	-1.07

**Tabla 2:** Dimensiones de los parámetros geométricos de las celdas de punto fijo utilizadas en la simulación.



**Fig. 5:** Curvas de solidificación al variar los parámetros geométricos a, b y H.

## 4. CONCLUSIONES

Se realizó un modelo computacional utilizando el software libre OpenFOAM v8 para modelar el proceso de solidificación dentro del crisol en celdas de punto fijo de indio.

Se realizó la validación del modelo al obtener un valor absoluto de 0.86 *mK* respecto al valor experimental. Se encontró que el tiempo de duración de plateau aumenta cuando la separación entre el fondo del termopozo y el crisol es mayor y cuando la altura del material de referencia dentro del crisol es más grande.

La diferencia entre el punto de solidificación de la celda de punto fijo y el valor de referencia de la EIT-90 disminuye cuando la distancia entre el borde externo del termopozo y el borde interno lateral del crisol es mayor.

## 5. REFERENCIAS

- [1] B Fellmuth, “*Guide to the Realization of the ITS-90: Introduction*”, Consultative Committee for Thermometry under the auspices of the International Committee for Weights and Measures, 2018.
- [2] F. Sparasci G. Strouse J. Tamba M. Kalemci J. V. Pearce P. P. M. Steur W. Joung “*Guide to the Realization of the ITS-90: Metal Fixed Points for Contact Thermometry*”, Bureau International des Poids et Mesures, 2018.
- [3] V. Le Sant R. Morice G. Failleau, “*Modeling of Transient Heat Transfer in Temperature Fixed Points: Indium Cell Design*”, Int J Thermophys, 2008.
- [4] Sergio Andrés Carvajal, “*Desarrollo de un patrón termométrico basado en la solidificación del estaño*”, Universidad Nacional de Colombia, 2019.
- [5] Large, Matthew J, “*Phase-Field Modelling of ITS-90 Fixed-Point Cells*”, University of Surrey, 2016.
- [6] url: [www.bipm.org/kcdb/cmc](http://www.bipm.org/kcdb/cmc), (último acceso: 2022-06-07).
- [7] Gregory F. Strouse, “*Indium Freezing-Point Standard—SRM1745 and Indium DCS Melting-Point Standard —SRM2232*”, NIST Special Publication 260-132, National Institute of Standards and Technology, 2001.
- [8] V. R. Voller and C. Prakash, “*A fixed grid numerical modelling methodology for convection-diffusion mushy region phase-change problems*”, International Journal of Heat and Mass Transfer 30.8, pp. 1709–1719, 1987.
- [9] Assael, Marc & Armyra, Ivi & Brillo, Jürgen & Stankus, Sergei & Wu, Jiangtao & Wakeham, William. “*Reference Data for the Density and Viscosity of Liquid Cadmium, Cobalt, Gallium, Indium, Mercury, Silicon, Thallium, and Zinc*”. Journal of physical and chemical reference data, 2012.

## 6. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está soportado por el Ministerio de Ciencias y Tecnología de Colombia (Minciencias) por medio del proyecto titulado “*Fortalecer el proceso de investigación, desarrollo e innovación del INM, a través del desarrollo de herramientas y actividades de investigación que permitan incrementar la capacidad de gestión y producción en I+D+i del INM*”, código 49415.