

Universidad de Oviedo

Programa Oficial de Doctorado en Energía y Control de Procesos

Estudio de la fase de enfriamiento en una autoclave para el tratamiento de composites

Álvaro García Martínez

Oviedo, 11 Noviembre 2024



University of Oviedo

Ph.D. Program in Energy and Process Control

Study of the cooling phase in an autoclave for composite treatment

Álvaro García Martínez

Oviedo, 11th November 2024



Universidad de Oviedo

Programa Oficial de Doctorado en Energía y Control de Procesos

Estudio de la fase de enfriamiento en una autoclave para el tratamiento de composites

Álvaro García Martínez

Directores:

Prof. Dr. Antonio José Gutiérrez Trashorras Prof. Dr. Juan Manuel González-Caballín Sánchez

Oviedo, 11 Noviembre 2024



University of Oviedo

Ph.D. Program in Energy and Process Control

Study of the cooling phase in an autoclave for composite treatment

Álvaro García Martínez

Supervisors:

Prof. Dr. Antonio José Gutiérrez Trashorras Prof. Dr. Juan Manuel González-Caballín Sánchez

Oviedo, 11th November 2024



RESUMEN DEL CONTENIDO DE TESIS DOCTORAL

1 Título de la Tesis	
Español/Otro Idioma: Estudio de la fase de enfriamiento en un autoclave para el tratamiento de composites	Inglés: Study of the cooling phase in an autoclave for composite treatment

2 Autor	
Nombre: Álvaro García Martínez	
Programa de Doctorado: Programa Oficial de Do	ctorado en Energía y Control de Procesos
Órgano responsable: Centro Internacional de Pos	sgrado

RESUMEN en español (máximo 4000 caracteres)

La presente Tesis doctoral se centra en el estudio de la fase de enfriamiento en autoclaves utilizados para el tratamiento de materiales compuestos. Se aborda la importancia de esta fase para mantener las propiedades mecánicas y estructurales de los composites, especialmente en sectores como la ingeniería aeroespacial. A pesar de su relevancia, la fase de enfriamiento ha sido menos estudiada que la fase de calentamiento.

En concreto, se destacan las ventajas de los composites como la reducción de peso y la mejora en la resistencia. También se proporciona una visión general de los diferentes tipos de composites y métodos de curado utilizados para mejorar sus propiedades. Además, se describe los autoclaves, que son dispositivos diseñados para el curado de materiales en un ambiente controlado de temperatura y presión. Se detallan los sistemas clave dentro de un autoclave, como el de calentamiento, enfriamiento y circulación de aire, destacando su papel en asegurar un tratamiento uniforme de los materiales. El estudio describe una metodología que involucra pruebas experimentales realizadas en un banco de ensayos, equipado con sensores para monitorear diferentes parámetros. Además, se desarrolla un modelo numérico utilizando Dinámica de Fluidos Computacional para simular la fase de enfriamiento, con el objetivo de comprender detalladamente los mecanismos de transferencia de calor. El modelo se valida con datos experimentales para asegurar su precisión.

Esta investigación tiene como objetivo profundizar en el conocimiento sobre el proceso de enfriamiento en autoclaves, aportando información que contribuya a optimizar la operación de dichos equipos, con el fin de mejorar los resultados del tratamiento de composites. Los resultados demuestran la efectividad del modelo para replicar el comportamiento de enfriamiento observado en los experimentos, permitiendo estudios futuros y mejoras en los procesos de fabricación de composites.



Universidad de Oviedo

RESUMEN en Inglés

This Thesis focuses on the study of the cooling phase in autoclaves used for the treatment of composite materials. It addresses the importance of this phase in maintaining the mechanical and structural properties of composites, especially in sectors such as aerospace engineering. Despite its relevance, the cooling phase has been less studied than the heating phase.

Specifically, the advantages of composites, such as weight reduction and improved strength, are highlighted. An overview is also provided of the different types of composites and curing methods used to enhance their properties. Additionally, autoclaves are described as devices designed to cure materials in a controlled environment of temperature and pressure. Key systems within an autoclave, such as heating, cooling, and air circulation, are detailed, emphasizing their role in ensuring uniform material treatment.

The study outlines a methodology involving experimental tests conducted on a test bench equipped with sensors to monitor different parameters. Furthermore, a numerical model is developed using Computational Fluid Dynamics to simulate the cooling phase, with the goal of gaining a detailed understanding of heat transfer mechanisms. The model is validated with experimental data to ensure its accuracy. This research aims to deepen the knowledge of the cooling process in autoclaves, providing information that contributes to optimise the operation of such equipment, in order to improve the results of the treatment of composites. The results demonstrate the model's effectiveness in replicating the cooling behavior observed in experiments, enabling future studies and improvements in composite manufacturing processes.

Agradecimientos	7
Resumen	9
Abstract	11
Nomenclatura	12
1. Introducción	13
1.1. Los materiales compuestos o <i>composites</i>	13
1.1.1. Métodos de tratamiento de composites	16
1.2. Autoclaves	19
1.2.1. Descripción	19
1.2.2. Modo de funcionamiento	24
1.3. La fase de enfriamiento. Importancia e innovación	27
2. Objetivos	30
3. Fundamentos teóricos	31
3.1. Mecanismos de transferencia de calor	31
3.1.1. Conducción	31
3.1.2. Convección	31
3.1.3. Radiación	32
3.2. Transferencia de calor en autoclaves	32
4. Banco de ensayos	34
4.1. Materiales	34
4.2.Métodos	38
5. Modelo numérico	43
5.1. Justificación del modelo numérico	43
5.2. Fundamentos teóricos del modelo numérico	45
5.3.Modelización numérica	48
5.3.1. Modelos numéricos preliminares	48
5.3.2. Modelo tridimensional sin carga	56

ÍNDICE DE CONTENIDO

	5.3.3.Modelo tridimensional con carga	60
6.	Resultados y discusión	62
6	.1. Resultados del banco de ensayos	62
6	.2. Validación del modelo numérico	63
6	.3.Resultados del modelo numérico	64
	6.3.1. Resultados de los estudios preliminares	64
	6.3.2. Resultados del modelo tridimensional con carga	66
7.	Conclusiones	76
8.	Trabajos futuros	78
9.	Publicaciones y experiencia investigadora	79
10.	Bibliografía	81
11.	Anexo I. Artículo científico	87
12.	Anexo II. Participación en congreso científico	106

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema de las fases continua y discontinua en un material compuest	0.
	14
Figura 2. Ejemplo de autoclave.	19
Figura 3. Fotografía de una batería de enfriamiento.	22
Figura 4. Fotografía del motor de accionamiento del ventilador de un autoclave	
industrial de composites	22
Figura 5. Mamparas laterales dispuestas en el interior del autoclave	23
Figura 6. Diagrama de funcionamiento de un autoclave.	24
Figura 7. Carga del autoclave	24
Figura 8. Ejemplo de curva temperatura vs tiempo en el proceso de curado de	
composites	25
Figura 9. Fotografía del autoclave utilizado y sito en la empresa Olmar	34
Figura 10. Cámara vacía del autoclave con los sensores de temperatura y presión	1.
	36
Figura 11. Fotografía de uno de un termopar tipo K como los utilizados en el	
autoclave. [Fuente: (KEW, 2024)].	36
Figura 12. Fotografía de uno de los presoestatos utilizados. /Fuente: (Labom,	
2024)]	37
Figura 13. Diagrama de flujo de las pruebas experimentales	38
Figura 14. Detalle de un termopar en cruceta	39
Figura 15. Situación de termopares en la segunda cruceta	40
Figura 16. Diagrama de flujo de la fase de calentamiento en la curva de	
tratamiento	41
Figura 17. Diagrama de flujo de la fase de enfriamiento en la curva de	
tratamiento	42
Figura 18. Flujo de trabajo modelo numérico	44
Figura 19. Geometría del modelo bidimensional planar.	49
Figura 20. Vista del mallado implementado en el modelo bidimensional planar.	49
Figura 21. Condiciones de contorno en el modelo planar	50
Figura 22. Curva de funcionamiento del ventilador del autoclave	50
Figura 23. Condición de contorno axisimétrica en el modelo MAX1	53
Figura 24. Comparativa MAX3 v MAX4	53
Figura 25 Mallado del modelo MAX3	54
Figura 26 Comparación entre las geometrías MAX3 v MAX4	55
Figura 27 Mallado del modelo MAX4	55
Figura 28 Geometría del modelo tridimensional sin caroa	56
Figura 29 Infoorafía con el mallado del modelo numérico	57
Figura 20 Análisis de sensibilidad de malla	58
1 izara 90. 2 Indusis de sensiolidada de Malla	00

Figura 31. Geometría del modelo numérico tridimensional con viga en H en su
interior
Figura 32. Detalle del mallado de la viga en H
Figura 33. Curva de enfriamiento del autoclave medida en el banco de ensayos 62
Figura 34. Evolución de la presión dentro del autoclave
Figura 35. Curva de validación de la fase de enfriamiento entre el banco de ensayos
y el modelo numérico sin carga
Figura 36. Mapa de distribución de las velocidades en el interior del autoclave en el
modelo bidimensional planar. En colores cálidos valores altos de velocidad, en
colores fríos baja velocidad de flujo64
Figura 37. Mapa de distribución de las velocidades en el interior del autoclave en el
modelo bidimensional axisimétrico. En colores cálidos valores altos de
velocidad, en colores fríos baja velocidad de flujo64
Figura 38. Efectos de la radiación sobre el flujo de calor. En colores cálidos valores
altos de flujo de calor radiativo, en colores fríos baja radiatividad
Figura 39. Variación de la temperatura en el interior del autoclave a lo largo de la
curva de enfriamiento65
Figura 40. Variación de temperatura y presión relativa en el interior del autoclave.
Figura 41. Variación de la temperatura promedio y superficial en la viga67
Figura 42. Variación de las temperaturas máxima y mínimas a lo largo de la
viga
Figura 43. Diferencial de temperaturas máximas y mínimas
Figura 44. Variación de HTR total en mampara y viga69
Figura 45. Variación de HTR en mampara (convección y radiación)69
Figura 46. Variación de HTR en viga (convección y radiación)
Figura 47. Variación del flujo de calor en mampara y viga
Figura 48. Variación del coeficiente de película en la viga
Figura 49. Variación del número de Nusselt en la viga
Figura 50. Variación de la densidad durante el enfriamiento
Figura 51. Curva del ventilador durante la fase de enfriamiento
Figura 52. Variación de la velocidad media del flujo en el ventilador durante el
tiempo de enfriamiento
Figura 53. Mapas de calor en el alma de la viga en H vista en planta. A la
izquierda variación de la temperatura en el alma de la viga a lo largo del
tiempo de enfriamiento. A la derecha, variación de la temperatura en un
instante dado a lo largo de su geometría73
Figura 54. Vista isométrica de la viga. A la izquierda variación de la
temperatura a lo largo de la viga durante diferentes instantes de tiempo de

enfriamiento. A la derecha variación de las temperaturas en un instante	
determinado y a lo largo de la geometría	74
Figura 55. Mapa de calor con la variación de la temperatura en una sección	
transversal del autoclave durante la fase de enfriamiento	75

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Métodos de fabricación de composites.	15
Tabla 2. Métodos de curado de composites.	17
Tabla 3. Sistemas de los autoclaves para materiales compuestos	20
Tabla 4. Gap relacionado con el modelado numérico de enfriamiento	28
Tabla 5. Gap relacionado con la transferencia de calor aire-composite	29
Tabla 6. Gap relacionado con el diseño del intercambiador de calor	29
Tabla 7. Gap relacionado con el control y regulación de flujos	29
Tabla 8. Gap relacionado con la validación experimental	29
Tabla 9. Propiedades del material de fibra de carbono	54
1	

Agradecimientos

Quiero agradecer a mis directores de tesis por su apoyo y paciencia a lo largo de todo este proyecto. Su orientación fue clave para poder llevar esta tesis a buen puerto, y siempre estuvieron ahí para ayudarme a resolver mis dudas. También quiero agradecer al resto de compañeros de la EPI, quienes contribuyeron a que esta experiencia académica fuera más llevadera y me ayudaron a superar diversos retos.

Agradezco a la educación pública por darme una oportunidad que valoro profundamente, tanto para mí como para muchos otros. Este trabajo no deja de ser un reflejo de las oportunidades que ofrece a quienes pertenecemos a la clase obrera.

A mi familia, que siempre estuvo a mi lado, dándome ánimos y siendo el mejor apoyo que podía tener. Su cariño y su fe en mí fueron una gran motivación para llegar hasta aquí. Aunque la tabarra constante y las palabras "Álvaro, siéntate a hacer algo de la tesis" hayan sido parte del día a día.

También quiero agradecer a mis amigos, quienes supieron sacarme una sonrisa en los momentos de estrés, aunque fuera mediante vino y memes de internet, y me recordaron que no estaba solo en este camino.

Finalmente, gracias a todas las personas que, de una u otra forma, colaboraron en este proyecto y aguantaron mis vaivenes mentales. Esta tesis no es únicamente mía.

Resumen

La presente Tesis doctoral se centra en el estudio de la fase de enfriamiento en autoclaves utilizados para el tratamiento de materiales compuestos. Se aborda la importancia de esta fase para mantener las propiedades mecánicas y estructurales de los composites, especialmente en sectores como la ingeniería aeroespacial. A pesar de su relevancia, la fase de enfriamiento ha sido menos estudiada que la fase de calentamiento.

En concreto, se destacan las ventajas de los composites como la reducción de peso y la mejora en la resistencia. También se proporciona una visión general de los diferentes tipos de composites y métodos de curado utilizados para mejorar sus propiedades. Además, se describe los autoclaves, que son dispositivos diseñados para el curado de materiales en un ambiente controlado de temperatura y presión. Se detallan los sistemas clave dentro de un autoclave, como el de calentamiento, enfriamiento y circulación de aire, destacando su papel en asegurar un tratamiento uniforme de los materiales.

El estudio describe una metodología que involucra pruebas experimentales realizadas en un banco de ensayos, equipado con sensores para monitorear diferentes parámetros. Además, se desarrolla un modelo numérico utilizando Dinámica de Fluidos Computacional para simular la fase de enfriamiento, con el objetivo de comprender detalladamente los mecanismos de transferencia de calor. El modelo se valida con datos experimentales para asegurar su precisión.

Esta investigación tiene como objetivo profundizar en el conocimiento sobre el proceso de enfriamiento en autoclaves, aportando información que contribuya a optimizar la operación de dichos equipos, con el fin de mejorar los resultados del tratamiento de composites. Los resultados demuestran la efectividad del modelo para replicar el comportamiento de enfriamiento observado en los experimentos, permitiendo estudios futuros y mejoras en los procesos de fabricación de composites.

Abstract

This Thesis focuses on the study of the cooling phase in autoclaves used for the treatment of composite materials. It addresses the importance of this phase in maintaining the mechanical and structural properties of composites, especially in sectors such as aerospace engineering. Despite its relevance, the cooling phase has been less studied than the heating phase.

Specifically, the advantages of composites, such as weight reduction and improved strength, are highlighted. An overview is also provided of the different types of composites and curing methods used to enhance their properties. Additionally, autoclaves are described as devices designed to cure materials in a controlled environment of temperature and pressure. Key systems within an autoclave, such as heating, cooling, and air circulation, are detailed, emphasizing their role in ensuring uniform material treatment.

The study outlines a methodology involving experimental tests conducted on a test bench equipped with sensors to monitor different parameters. Furthermore, a numerical model is developed using Computational Fluid Dynamics to simulate the cooling phase, with the goal of gaining a detailed understanding of heat transfer mechanisms. The model is validated with experimental data to ensure its accuracy.

Through this research, the study addresses knowledge gaps in the cooling process, providing insights to optimize autoclave operations and improve composite treatment outcomes. The results demonstrate the model's effectiveness in replicating the cooling behavior observed in experiments, enabling future studies and improvements in composite manufacturing processes.

Nomenclatura

A sección considerada $[m^2]$ a coeficiente de absorción **CAD** Computer Aided Design CFD Computational Fluid **Dynamics** $C_{\rm p}$ calor específico del material []/kgK] **D0** Discrete Ordered DTRM Direct Transference Radiation Model dT/dxgradiente de temperaturas través del а material [K/m] E flujo térmico por radiación $[W/m^2]$ g aceleración de la gravedad $[9,81 \text{ m/s}^2]$ h coeficiente convectivo de transmisión de calor $[W/m^2K]$ HTR Heat Transfer Rate HTC Heat Transfer Coefficient I intensidad de radiación k conductividad térmica [W/mK]L longitud de la viga [m] LES Large Eddy Simulations N_{μ} número de Nusselt p presión [Pa] q flujo de calor [W] n índice de refracción

 \vec{r} vector posición

RANS Reynolds Average Navier Stokes R_e número de Reynolds **RMSE** Root Mean Square Error \vec{s} vector director $\vec{s'}$ vector director de dispersion s longitud de la trayectoria SCADA Supervisory Control and Data Acquisition S2S Surface to Surface model t tiempo [s] T_{ρ} temperatura absoluta de la superficie [K] T_s temperatura en superficie [K] T_{∞} temperatura del fluido [K] TUS Temperature Uniformity Surveys t_0 tiempo inicial [s] t_i tiempo intermedio [s] t_f tiempo final [s] v velocidad del fluido [m/s] constante de Stefan σ Boltzmann [5,67 10⁻⁸ W/m²K⁴] ρ densidad del fluido [kg/m³] τ tensión [Pa] μ viscosidad dinámica [kg/ms] σ_s coeficiente de dispersión Ø función de fase Ω' ángulo sólido

Introducción Los materiales compuestos o *composites*

En un mundo impulsado por la innovación y la necesidad de soluciones sostenibles, la industria y en especial el transporte aéreo, se encuentra en una encrucijada sin precedentes. La creciente demanda de aviones que sean a la vez livianos y altamente resistentes ha redefinido los estándares de diseño y fabricación (Katnam et al., 2013). Ante este escenario de constante evolución, los materiales compuestos o *composites* han emergido como una respuesta revolucionaria.

A lo largo de las últimas cuatro décadas, la utilización de compuestos poliméricos en la industria aeroespacial ha experimentado una transición significativa. Desde sus primeros días como componentes de bajo peso como alerones o carenados hasta su actual aplicación en elementos críticos, los materiales compuestos han forjado un camino de progreso ininterrumpido [2]. Esta transformación no sólo redefine la ingeniería y el diseño, sino que también desempeña un papel vital en la reinvención de la movilidad y la sostenibilidad en la sociedad global del siglo XXI.

El aumento en el uso de materiales compuestos que sustituyan al aluminio en la fabricación de fuselajes conlleva numerosas ventajas de rendimiento: reducción de peso, mayor flexibilidad de diseño y mayor resistencia ante esfuerzos de fatiga (Taylor, 2000). Así, compuestos como la fibra de carbono son claves para la construcción de las aeronaves del futuro ya que cumplen con todas esas especificaciones técnicas. Además, si se tienen en cuenta las estructuras secundarias formadas por composites, también se produce un importante ahorro de peso (en torno al 40%) lo que supone un importante ahorro de combustible (Soutis, 2020). Así pues, parece que la innovación en materiales compuestos plantea ventajas importantes a este sector.

Otro sector industrial ampliamente favorecido por la utilización de estos materiales es la industria automovilística. En concreto, la utilización de composites permite la reducción de peso en los vehículos sin menoscabar su resistencia, lo que ofrece una mayor seguridad vial y minimiza el consumo de combustible [3]. Sin embargo, el elevado precio de estos materiales provoca que su utilización por parte de las principales marcas de vehículos sea aún incipiente. Muchos de los materiales compuestos aún se encuentran en una fase embrionaria de desarrollo, por lo que aún existen piezas metálicas que no han podido ser suplantadas completamente.

En primer lugar, metales como el titanio o el acero tienen propiedades mecánicas y térmicas que son cruciales en algunas de sus aplicaciones, no pudiendo ser igualadas por los composites en relación característica-precio (Holguín et al., 2013). En segundo lugar, los materiales compuestos siguen evolucionando y se están introduciendo nuevas fibras y matrices cuyas propiedades aún son desconocidas, lo que provoca que su uso se plantee desde un enfoque conservador (Agarwal et al., 2019). En tercer lugar, algunas formas geométricas complejas aún no pueden fabricarse de forma rentable, lo que minimiza su rentabilidad (Velayudham & Krishnamurthy, 2007). Por último, los costes globales de producción de materiales compuestos siguen siendo muy elevados con respecto a los metales tradicionales (Younossi - Military Airframe Costs The Effects of Advances Materials and Manufacturing Processes by Obaid Younossi, n.d.). Por lo general, los materiales compuestos constan de una fase continua o matriz y de una fase discontinua o refuerzo (Bey Ruiz, 2006) (ver Figura 1).



Figura 1. Esquema de las fases continua y discontinua en un material compuesto.

Así pues, variando ambos parámetros se pueden realizar composites con diferente composición o morfología según la funcionalidad y propiedades que se desean obtener. La matriz es la encargada de proporcionar cohesión entre las fibras, transmitir las cargas aplicadas al material y protegerlo de esfuerzos mecánicos y agentes externos, determinando además la temperatura de servicio del composite (Cabrera, n.d.).

Las matrices poliméricas se dividen en dos grandes familias dependiendo de su naturaleza y método de procesado. Por un lado, las resinas termoestables son las que se polimerizan en el proceso de fabricación de la pieza final siendo algunos ejemplos las epoxídicas o las fenólicas (Song et al., 2016). Por otro lado, las resinas termoplásticas son aquellas que proporcionan resistencia y rigidez al material de modo que dirigen el comportamiento mecánico del compuesto mediante el tipo e isotropía de la fibra utilizada (Vaidya & Chawla, 2008). Algunos ejemplos de matrices poliméricas termoestables son el poliéter éter cetona (PEEK) o la poliéterimida (PEI).

En el ámbito industrial, uno de los composites más utilizados es la fibra de vidrio. Este material es un compuesto de una matriz polimérica y fibras de vidrio que se compone de una matriz plástica reforzada por fibras finas de vidrio. Además, sus principales propiedades son su bajo peso y alta robustez (Paimushin et al., 2015). Otro ejemplo notable de composite con alta resistencia mecánica es el que contiene fibra de carbono. En este caso, la matriz polimérica se refuerza con fibras de carbono, lo que le confiere una extraordinaria resistencia ante esfuerzos mecánicos, especialmente en estructuras delgadas o ligeras (S. U. Khan et al., 2011). Cabe destacar que los composites pueden albergar otros tipos de fibras como la aramida (*kevlar*) o el alumnio (*twaron*), siendo en este caso utilizadas en la industria militar o armamentística (Baker, 2018). La Tabla 1 recoge los diferentes métodos existentes para la obtención de composites.

Método	Descripción
	Se colocan capas de tejidos de
	fibras de refuerzo en un molde y se
Laminación manual	impregnan con resina manualmente
en capas (<i>hand lay-up</i>)	mediante brochas o rodillos. Está
	indicado para piezas compuestas
	pequeñas y no estructurales.
Laminación por contacto (<i>vacuum</i>	Es similar a la laminación manual,
	pero con la adición de una bolsa de
	vacio que se coloca sobre el
	composite para eliminar el aire. Da
Dagging)	como resultado una mejor calidad
	superficial.
	Las capas del material compuesto
Moldeo por	se colocan en un molde cerrado y se
compresión	aplica presión y calor. Se usa para
(compression molding)	componentes grandes y de geometrías
	simples.

Tabla 1. Métodos de fabricación de composites.

Moldeo por transferencia de resita (<i>resin transfer molding</i>)	Las fibras de refuerzo se colocan en un molde cerrado y la resina se inyecta bajo presión. Es adecuado para la producción de piezas compuestas de alta calidad y de geometría compleja.
Moldeo por	La resina se inyecta en un molde
inyección de matriz	donde las fibras han sido colocadas
líquida (<i>liquid injection</i>	previamente. Es útil para piezas de
molding)	alta precisión.
Pultrusión	Es un método continuo donde las fibras de refuerzo se impregnan con resina, obteniéndose perfiles largos y continuos. Adecuado para tuberías o barras.
Moldeo a pulso (<i>resin infusion</i>)	Las fibras se colocan en un borde y se impregnan con resina bajo presión pulsante para eliminar el aire y mejorar la saturación de la resina.
Moldeo por)
transferencia de resina	Es similar al anterior, pero ahora
reforzada con fibra (<i>fiber</i>	las fibras de refuerzo se infiltran con
reinforced resin transfer	resina durante el proceso de moldeo.
molding)	-
Moldeo por	Se utilizan fibras secas que se
inyección de matriz seca	inyectan con la resina en un molde
(dry injection molding)	cerrado a una cierta temperatura.
Moldeo de infusión de resina en vacío (<i>vacuum infusion</i> <i>process</i>)	Se utilizan bolsas de vacío y moldes sellados para infundir resina en las fibras de refuerzo.

1.1.1. Métodos de tratamiento de composites

Tras la aplicación de alguno de los métodos de fabricación anteriormente citados, el material aún no ha alcanzado las características mecánicas ni químicas suficientes para su utilización. En concreto, al composite se le debe de realizar un procedimiento de curado de modo que alcance las propiedades deseadas (Abliz et al., 2013). En general, los métodos de curado de composites varían según el tipo de resina (termoestable o termoplástica) y su aplicación específica. Además, algunos de estos métodos pueden acometerse de forma simultánea, como se detalla en la Tabla 2.

Método	Descripción
Curado térmico (<i>heat curing</i>) Curado por presión (<i>pressure</i> <i>curing</i>)	Implica exponer al material a temperaturas elevadas durante un tiempo determinado. El calor activa las reacciones químicas en la resina y provoca su endurecimiento.
	Se aplica presión al material durante el proceso de curado térmico. Esta presión logra eliminar las burbujas de aire atrapadas y asegura una distribución uniforme de la resina sobre el refuerzo.
Curado por vacío (vacuum curing)	Se aplica vacío a la pieza para eliminar el aire y otros gases atrapados en el material compuesto durante el curado térmico.
Curado por radicación (<i>radiation curing</i>)	Se radia con luz ultravioleta (UV) o electrones acelerados el material compuesto, acelerando las reacciones químicas en la resina termoestable. Es un método rápido sin calor muy utilizado con la fibra de vidrio o resinas epoxi.
Curado químico (<i>chemical</i> <i>curing</i>)	Se aplica algún tipo de catalizador químico o agente endurecedor a la resina termoestable, provocando el endurecimiento de la pieza.

Tabla 2. Métodos de curado de composites.

Es importante señalar que los procedimientos más comunes son el curado térmico, por presión y por vacío, los cuales pueden llevarse a cabo simultáneamente. En el caso que se expondrá más adelante se combinarán los tres tipos de curado para lograr las propiedades deseadas (White & Kim, 1996). Todos estos procedimientos de curado se aplican en infraestructuras industriales tipo horno o autoclaves, siendo éstos últimos los más utilizados.

1.2. Autoclaves 1.2.1. Descripción

Un autoclave es un dispositivo industrial de geometría cilíndrica que tiene por cometido la creación en su interior de una atmósfera controlada (temperatura y presión) con el fin de provocar los cambios deseados en las piezas que se introducen en su interior (RAE, n.d.). Cabe destacar que su utilización no sólo se circunscribe al ámbito industrial, sino que también son aplicados en ciencias como la medicina o la agroalimentaria por permitir la esterilización con una excelente eficacia (Sasaki & Imazato, 2020). La Figura 2 muestra una imagen de un ejemplo de autoclave.



Figura 2. Ejemplo de autoclave.

El gran crecimiento del sector de los composites en los últimos años ha propiciado un crecimiento exponencial en el diseño, fabricación y utilización de autoclaves en todo el mundo. En concreto, la mayor diferencia existente con otros usos es el alto grado de precisión que se exige en el mercado de los materiales compuestos de modo que estos dispositivos incorporan sensores avanzados y unidades periféricas de control. Cabe destacar que la no uniformidad de las condiciones de temperatura y/o presión pueden originar graves problemas estructurales en la pieza obtenida (Dumont et al., 2013a).

Así pues, un autoclave para composites está formado de diferentes sistemas que permiten conformar un curado idóneo sobre las piezas. Por lo general, los principales sistemas auxiliares son los que se indican en la Tabla 3.

Sistema	Descripción
Sistema da	Se realizan labores de calentamiento,
curado	enfriamiento, circulación de aire, presión y
	vacío.
	Tiene como función la gestión de la
Sistema eléctrico	alimentación eléctrica necesaria para el
	funcionamiento del autoclave.
Sistema de control	Se realizan labores de control de todos
	los sistemas auxiliares del dispositivo de
	curado.
	Permite la introducción en el interior
Sistema de carga	del autoclave de las piezas que serán
_	sometidas al proceso de curado.

Tabla 3. Sistemas de los autoclaves para materiales compuestos.

Sin duda alguna, el sistema más trascendental es el de curado ya que de él dependerá el resultado final de la pieza. En concreto, en este sistema se pueden diferenciar diferentes subsistemas:

- Subsistema de calentamiento.
- Subsistema de enfriamiento.
- Subsistema de circulación de aire.
- Subsistema de vacío.

Por un lado, en el subsistema de calentamiento recae, mediante un sistema de resistencias o calentadores eléctricos, la función de elevar la temperatura del conjunto. Las resistencias calentarían el aire circundante, el cual circularía por todo el autoclave gracias a la ayuda de un ventilador centrífugo situado al final de la cámara. La regulación de este calentamiento se realiza mediante una serie de termopares situados en diferentes zonas del autoclave piloto. Todo este proceso es controlado y regulado de forma continua mediante un sistema SCADA (*Supervisory Control and Data Acquisition*).

Por otro lado, en el subsistema de enfriamiento se produce la disminución de temperatura de la pieza. Para ello, se introduce agua fría

en una batería de tubos aleteados ubicada en el interior del cuerpo del equipo, para posteriormente inducir una corriente de aire. Todo ello se realiza mediante la incorporación de un intercambiador de acero-cobre cuyo diseño y geometría depende de la aplicación necesaria.

Para alcanzar la rampa de enfriamiento necesaria (entre 1°C/min y 5°C/min), el autoclave será equipado con un circuito cerrado compuesto por un depósito de agua, una bomba de impulsión y un cuadro eléctrico de control. Este cuadro eléctrico contará con sensores como termostato digital, sensor de temperatura y boya de nivel.

Cabe destacar que en autoclaves de gran tamaño es necesario disponer de torre de refrigeración o de aero-refrigeradores para forzar aún más el enfriamiento. Las torres de refrigeración se instalarán en los exteriores del recinto donde se sitúa el autoclave, mientras que los aerorefrigeradores pueden ser instalados junto al mismo.

Como regla general, la unidad de enfriamiento se instala lo más cerca posible de los autoclaves. Sin embargo, a la hora de su incorporación es importante conocer el emplazamiento final del autoclave y las características del espacio industrial que albergará el equipo. Además, se debe tener en cuenta las condiciones climatológicas, sobre todo en emplazamientos extremos, ya que pueden producirse problemas de congelación del agua utilizada durante esta fase. La Figura 3 muestra una batería de enfriamiento real.



Figura 3. Fotografía de una batería de enfriamiento.

En el subsistema de circulación de aire el dispositivo principal es el ventilador de aire. Este dispositivo mueve una masa de aire en el interior del autoclave, evitando la formación de bolsas o estratos que puedan afectar a la homogeneidad de la temperatura en el interior del equipo y mejoran la transmisión calorífica a lo largo de toda la pieza. En el caso de materiales compuestos, las diferencias de temperatura admitidas durante la circulación de aire deben situarse entre 2°C (White & Kim, 1996). De hecho, en ocasiones el aire es mezclado con otros gases de capacidades térmicas específicas como el helio o el argón, de modo que se mejora el rendimiento del proceso. La Figura 4 muestra una fotografía del motor de accionamiento del ventilador instalado en un autoclave.



Figura 4. Fotografía del motor de accionamiento del ventilador de un autoclave industrial de composites.

Para asegurar la máxima hermeticidad entre el motor y el ventilador, se utilizan empaquetaduras de grafito de alta presión (tipo *Garlock*). Además, puesto que pueden originarse altas temperaturas suelen llevar acoplados sistemas de refrigeración adicional mediante un pequeño intercambiador de calor de bajo caudal de agua (2 o 3 l/min).

El sistema de circulación de aire lleva asociado un conjunto de mamparas metálicas cuya geometría dependerá de la aplicación (circulares, cuadradas o laterales). Así, cuando el aire es impulsado desde el ventilador trasero hacia el frente, el aire es conducido por las mamparas hacia la zona delantera favoreciendo la recirculación completa. De esta forma, se logra homogeneizar la corriente de aire y de temperatura a lo largo de todo el autoclave. En el caso de autoclaves de gran tamaño, se dispone también de difusores en la parte delantera que mejoran aún más las condiciones del caudal de aire. La Figura 5 muestra una fotografía donde se pueden apreciar las mamparas laterales.



Figura 5. Mamparas laterales dispuestas en el interior del autoclave.

Por último, el subsistema de vacío se emplea para eliminar el aire atrapado dentro de los materiales compuestos antes y durante el proceso de curado. La presencia de aire puede dar lugar a imperfecciones en los materiales, como burbujas o poros, lo que afecta negativamente a la integridad estructural y las propiedades del producto final. Este subsistema generalmente implica la utilización de bombas de vacío para crear y mantener un nivel de vacío específico dentro de la cámara de tratamiento.

1.2.2. Modo de funcionamiento

El modo de funcionamiento de un autoclave sigue el esquema que se indica en la Figura 6.



Figura 6. Diagrama de funcionamiento de un autoclave.

El procedimiento comienza con la carga de los contenedores con el material compuesto, siendo transportados hacia el interior del autoclave. La introducción de los mismos se efectúa por lo general de forma manual (ver Figura 7).



Figura 7. Carga del autoclave.

La puerta se cierra mediante una serie de actuadores hidráulicos y/o neumáticos accionados por pulsadores de control ubicados en el cuadro de maniobra del autoclave. Para garantizar el correcto cierre es preciso enclavar de forma manual una válvula de seguridad que a su vez desactiva el microrruptor de seguridad de la puerta y da comienzo al ciclo. Una vez accionado el interruptor de puesta en marcha, el ciclo de trabajo se realiza de forma automática en función de la configuración preestablecida.

Para cada carga del autoclave, ésta cambia en cada ciclo, por lo que se ven afectados los tiempos de curado y la calidad final de la pieza. Además, cuando se trabaja con varias piezas a la vez, el procedimiento se ve aún más condicionado (Silva et al., 2007). Por su parte, el calor específico aumenta con la temperatura en el interior del autoclave por lo que es preferible utilizar materiales como el acero o el cobre, sobre todo en moldes de gran tamaño (Zhang et al., 2021).

Una vez cargado el autoclave, el ventilador comienza a girar y las resistencias eléctricas se accionan para elevar la temperatura del aire del interior del cuerpo según la curva preestablecida. Dicha curva estará regulada por una serie de tiristores que serán los encargados de incrementar o disminuir la temperatura según la configuración. Cabe destacar que el proceso de curado de composites en autoclaves industriales debe de realizarse siguiendo un diagrama específico de temperatura-presión en función del tiempo (Nele et al., 2016). En la Figura 8 se pueden apreciar los diagramas temperatura-tiempo de tres procesos diferentes.



Figura 8. Ejemplo de curva temperatura vs tiempo en el proceso de curado de composites.

Así, cuando se alcanza la temperatura de proceso establecida, dará comienzo la fase de permanencia en el valor prefijado, comenzando una cuenta atrás hasta que haya transcurrido el tiempo programado. Durante el mismo, las variables seleccionadas (la presión y la rampa de temperaturas) también permanecerán constantes. Cabe destacar que la velocidad de calentamiento es calculada de modo que se establezca una relación de entre 1°C/min y 5°C/min.

Transcurrida la fase de calentamiento, da comienzo la fase de enfriamiento. Esta fase también puede ser configurada a través de la indicación de temperatura final y gradiente. Para ello, la batería de refrigeración de tubo aleteado absorbe la cantidad de calor necesaria del aire circulante en el interior del cuerpo a presión. Una válvula neumática regula el caudal de entrada de agua a dicha batería, de modo que se puede controlar la velocidad de enfriamiento (similar a la de calentamiento). Con el objetivo de ajustar al máximo la temperatura de enfriamiento, se dispone de una serie de termopares que permiten controlar la temperatura con gran precisión.

Además, la curva de enfriamiento es sumamente importante para las propiedades finales del composite y se situará entre 1°C/min y 5°C/min. Así pues, uno de los principales problemas que pueden derivarse de una mala ejecución de la curva de enfriamiento es la cristalinidad (Gao & Kim, n.d.-c). Este fenómeno resulta clave en la interfase fibra-matriz y en las propiedades mecánicas. También se ven afectadas otras propiedades del material como la ductilidad de la matriz, la unión entre fases y la dureza a fractura (Gao & Kim, n.d.-a). Por tanto, el control de la velocidad de enfriamiento es clave para optimizar el material compuesto al máximo (Gao & Kim, n.d.-b).

Adicionalmente, la eficacia final del curado depende en gran medida del tiempo transcurrido entre el curado inicial y final, por lo que este procedimiento deber ser controlado exhaustivamente mediante sensórica de gran precisión (L. A. Khan et al., 2017). Sin embargo, efectos como los cambios de temperatura del gas circulante tienen poco efecto en los valores del coeficiente de transmisión de calor durante esta etapa (Dolkun et al., n.d.).

Cabe destacar que la presión y su gradiente, tanto en la fase de calentamiento como de enfriamiento, pueden ser programables mediante el microprocesador incorporado, de modo que se mantienen constantes sus parámetros e independientes de la temperatura. La presurización se realiza mediante la utilización de sistemas de aire comprimido y nitrógeno. Una vez finalizado el enfriamiento y regularizada la presión en su interior, el microprocesador indicará "fin de ciclo", pudiendo proceder a la apertura de la puerta. Posteriormente, se utilizarán los carros de extracción de la pieza y el autoclave queda en disposición de ser utilizado de nuevo para otro proceso de curado.

En relación con el presente estudio, se realizará especial énfasis en el subsistema de enfriamiento de autoclaves para materiales compuestos dado que es la fase de mayor interés. Cabe destacar que no se lleva a cabo una fase de curado de composites a razón de la tipología de ensayos desarrollados durante este texto, los cuales se realizan sin material en su interior. De todas formas, en un autoclave como el piloto de Olmar los procesos de curado que se llevan a cabo durante un ciclo son tanto térmicos como de presión y de vacío. Todos ellos ejecutándose de forma simultánea.

1.3. La fase de enfriamiento. Importancia e innovación

Como se ha ido mostrando en apartados anteriores de esta tesis, el volumen de publicaciones sobre la fase de enfriamiento en autoclaves industriales es significativamente menor en comparación con la cantidad de información y estudios relacionados con la fase de calentamiento. Esto ocurre a pesar de que la fase de enfriamiento es crucial para asegurar las propiedades mecánicas y estructurales óptimas de los composites, especialmente en sectores como la aeronáutica y la ingeniería aeroespacial. El objetivo es poder controlar y optimizar las variables del proceso de enfriamiento en tiempo real, garantizando así resultados consistentes y de alta calidad.

La fase de enfriamiento en el tratamiento de composites en autoclaves se caracteriza por la transferencia de calor del material compuesto al aire circulante y posteriormente al agua del circuito de refrigeración mediante un intercambiador de calor. Las cuales constituyen las variables del proceso de enfriamiento. Este proceso involucra:

- <u>Flujo de Aire:</u> Movimiento del aire dentro del autoclave, crucial para la uniformidad del enfriamiento.
- <u>Transferencia de Calor</u>: Intercambio de calor entre el material compuesto y el aire, y del aire al agua en el intercambiador.
- **<u>Regulación de Flujos:</u>** Control del caudal de agua y aire para mantener la presión y temperatura adecuadas.
La falta de coherencia existente entre la escasa bibliografía disponible y la importancia de la fase de enfriamiento se debe a diversos factores, entre los que destacan los siguientes:

- Enfoque histórico centrado en la producción: tradicionalmente, gran parte de la atención en la investigación y desarrollo de procesos de fabricación de composites se ha centrado en la fase de calentamiento debido a su importancia crítica en la polimerización y curado de los materiales. Como resultado, hay una base de literatura más extensa sobre el calentamiento en autoclaves industriales.
- Énfasis en la reología y la cinética de reacción: La fase de calentamiento suele ser el momento en el que se produce la activación de los sistemas de resina y endurecedor, lo que conlleva cambios significativos en la reología y la cinética de reacción de los materiales. Por lo tanto, hay una necesidad inherente de comprender y optimizar este proceso, lo que ha generado una mayor cantidad de investigación y literatura sobre el calentamiento.
- **Desafíos específicos del enfriamiento:** Aunque el enfriamiento también es crucial para el proceso de fabricación de composites, puede considerarse una etapa más pasiva en comparación con el calentamiento. Los desafíos asociados con el enfriamiento, como la minimización de tensiones residuales y la prevención de distorsiones, pueden ser abordados de diversas maneras y pueden requerir menos atención en la literatura en comparación con el calentamiento.

A continuación, se indican los gaps de investigación detectados sobre distintos aspectos relacionados con la fase de enfriamiento, y se proponen tareas a realizar para solventar y/o avanzar en el cada uno de ellos (ver *Tabla 4*, *Tabla 5*, *Tabla 6*, *Tabla 7* y *Tabla 8*).

Modelado Numérico de Enfriamiento			
	Existen modelos numéricos para simular el		
Gap	enfriamiento, pero la precisión y la capacidad		
identificado	de extrapolación a diferentes tamaños de		
	autoclave y condiciones operativas varían.		
	Desarrollo de un modelo numérico CFD		
Tarea	(Computational Fluid Dynamics) específico		
asociada	para los autoclaves Olmar, validado con datos		
	experimentales del prototipo.		

Tabla 4. Gap relacionado con el modelado numérico de enfriamiento.

Transferencia de Calor Aire-Composite			
	Necesidad de un análisis más profundo de		
Gap	los fenómenos de transferencia de calor entre		
identificado	el material compuesto y el aire circulante en el		
	autoclave.		
	Realizar estudios detallados de la		
Tarea	transferencia de calor, incluyendo variaciones		
asociada	en la composición del composite y condiciones		
	de operación del autoclave.		

Tabla 5.	Gað	relacionado	con la	transferencia	de calor	aire-composite.
	- · · I			······		I

Tabla 6. Gap relacionado con el diseño del intercambiador de calor.

Diseño del Intercambiador de Calor			
Can	Poca información sobre el impacto del		
idantifiaada	diseño del intercambiador de calor en la		
Identificado	eficiencia del enfriamiento.		
	Investigar diferentes configuraciones y		
Tarea	materiales para el intercambiador de calor para		
asociada	mejorar la eficiencia de la transferencia de calor		
	y la uniformidad del enfriamiento.		

Tabla I	7.	Gap	relacionado	con	el	control	' y	regulación	de	flujos.
							. /	0		/ ./

Control y Regulación de Flujos			
Gap identificado	Falta de estrategias óptimas para la		
	regulación del caudal de agua y aire durante la		
	fase de enfriamiento.		
Tarea asociada	Desarrollar métodos avanzados de control		
	en tiempo real para ajustar dinámicamente los		
	flujos de agua y aire basados en el		
	comportamiento térmico del composite y las		
	condiciones internas del autoclave.		

Tabla 8.	Gað	relacionado	con la	ı validación	experimental.
1 1011 0.	Sup	1010101101100	1011 10	<i>i</i> ununun	cosperincentent.

Validación Experimental			
Gan	Necesidad de más datos experimentales		
identificado	para validar modelos numéricos y teorías sobre		
Identificado	el enfriamiento de composites.		
	Utilizar el prototipo experimental de		
Tarea	OLMAR para obtener un conjunto robusto de		
asociada	datos empíricos que permitan la validación y		
	ajuste de los modelos numéricos.		

2. Objetivos

La presente Tesis Doctoral tiene como **objetivo general** el estudio de autoclaves para el tratamiento de materiales compuestos y, específicamente, de la fase de enfriamiento para obtener un mejor conocimiento de las leyes generales que rigen dicha fase. Para su consecución se han fijado los siguientes **objetivos específicos** (OE):

- <u>OE1.</u> Investigar sobre el estado del arte relativo a autoclaves y composites y en los avances tecnológicos más avanzados.
- **OE2.** Estudiar y analizar los flujos de transferencia de calor y aire en la fase de enfriamiento de un autoclave para el tratamiento de composites.
- **OE3.** Investigar la transmisión de calor existente entre los fluidos aire y agua del circuito de refrigeración mediante el uso de intercambiadores de calor.
- <u>OE4.</u> Desarrollar un modelo numérico de la fase de enfriamiento de un autoclave industrial, validado a partir de datos experimentales.

Fundamentos teóricos Mecanismos de transferencia de calor

La transmisión de calor se produce principalmente a través de tres mecanismos: conducción, convección y radiación. En el caso particular de la fase de enfriamiento de un autoclave industrial los mecanismos más relevantes son la conducción y la convección (Incropera & DeWitt, 1996). Debido a la presencia de aire y otros medios de enfriamiento, la radiación suele ser menos dominante que la conducción y la convección, pero no debe ser ignorada en análisis precisos. Es de vital importancia la comprensión de estos fenómenos para desarrollar unos modelos realistas y adecuados.

3.1.1. Conducción

La conducción es el proceso de transferencia de calor a través de un material sólido sin el movimiento del material en sí. La ley de Fourier para la conducción en estado estacionario se expresa como:

$$q = -k * A * \left(\frac{dT}{dx}\right)$$
 Eq 1

Donde q es el flujo de calor [W], k es la conductividad térmica [W/mK], A es la sección por donde se conduce el calor [m²] y dT/dx es el gradiente de temperaturas a través del material [K/m].

En el contexto de la fase de enfriamiento en un autoclave, la conducción de calor ocurre a través del material compuesto desde el centro del mismo hacia la superficie, y desde la superficie hacia las paredes del autoclave. La eficiencia del enfriamiento depende de la capacidad del material para conducir calor y la geometría del autoclave.

3.1.2. Convección

La convección es el proceso de transferencia de calor entre una superficie sólida y un fluido en movimiento. Se describe mediante la ley de enfriamiento de Newton:

$$q = h * A * (T_s - T_{\infty})$$
 Eq 2

Donde *h* es el coeficiente convectivo térmico [W/m²K], T_s es la temperatura en la superficie [K] y T_{∞} es la temperatura del fluido [K].

La convección puede ser forzada, como cuando se utilizan ventiladores para mover el aire dentro del autoclave, o natural, como la convección que ocurre sin asistencia mecánica. La eficiencia del enfriamiento depende del flujo de aire, la geometría del intercambiador de calor, y la configuración del sistema de ventilación del autoclave.

3.1.3. Radiación

La radiación es la transferencia de energía térmica a través del espacio vacío mediante ondas electromagnéticas. La transferencia de calor por radiación se describe por la ley de Stefan-Boltzmann, que establece que la potencia radiada por una superficie es proporcional a la cuarta potencia de su temperatura absoluta.

Donde *E* es el flujo térmico por radiación [W/m²], σ es la constante de Stefan-Botzmann [5.67 10⁻⁸ W/m²K⁴], ε es la emisividad de la superficie [adimensional] y T_e es la temperatura absoluta de la superficie [K].

Cabe destacar que la emisividad es una medida de la capacidad de una superficie para emitir energía por radiación. Las superficies de los composites y del autoclave tienen diferentes emisividades que afectan la transferencia de calor radiativo.

3.2. Transferencia de calor en autoclaves

En la fase de enfriamiento de un autoclave, el calor debe ser transferido desde el material compuesto al entorno externo. Este proceso se involucra varios mecanismos:

- <u>Conducción a través del material compuesto</u>: El calor se transfiere desde el núcleo del material hacia la superficie externa mediante conducción. La eficacia de este proceso depende de las propiedades térmicas del material y de su espesor.
- <u>Convección en la superficie del material</u>: Una vez que el calor alcanza la superficie, se transfiere al aire dentro del autoclave. Aquí, *h* juega un papel crucial. El flujo de aire, la velocidad del ventilador y la distribución del aire afectan este proceso.
- <u>Conducción a través de las paredes del autoclave</u>: El calor se transfiere desde el aire interior del autoclave a través de las paredes hacia el medio ambiente o el sistema de refrigeración.

La conductividad térmica de las paredes del autoclave y su grosor influyen en la eficiencia de esta transferencia.

- <u>Convección en el sistema de refrigeración</u>: Si se utiliza un sistema de refrigeración externo, como agua o un refrigerante, el calor se transfiere del aire en el autoclave al refrigerante a través de un intercambiador de calor. El diseño del intercambiador y el flujo del refrigerante son factores críticos en este proceso.
- <u>Radiación térmica</u>: Aunque la radiación suele ser menos significativa en comparación con la conducción y la convección en autoclaves llenos de aire, puede convertirse en un factor importante en condiciones de alta temperatura y grandes diferencias de temperatura. La radiación desde la superficie del material compuesto hacia las paredes del autoclave contribuye adicionalmente al enfriamiento.

4. Banco de ensayos

Se dispone de un banco de ensayos consistente en un autoclave piloto con la instrumentación necesaria para obtener valores experimentales de las variables fundamentales del tratamiento de composites, así como la regulación y monitorización de dichas variables. El autoclave piloto permite obtener datos experimentales para la validación de los modelos teóricos desarrollados en la tesis.

En concreto, este apartado aborda la descripción de los materiales que conforman el autoclave industrial como el propio equipo o la instrumentación para la toma de datos. Además, también se describe la metodología de experimentación indicando las características técnicas de los ciclos aplicados.

4.1. Materiales

De acuerdo con las características técnicas proporcionadas por la empresa OLMAR, se trata de un autoclave específicamente diseñado para el tratamiento de materiales compuestos con un volumen de 10275 litros de capacidad y 100 kW de potencia. Además, el dispositivo tiene un rango de temperaturas de funcionamiento de entre 0 a 250 °C, lo que permite trabajar con un amplio rango de materiales diferentes. Además, la presión máxima admisible de acuerdo con las prescripciones técnicas del autoclave es de 16 bar, si bien la empresa ha realizado test de sobrecarga de hasta 20.8 bar. La Figura 9 muestra una fotografía del autoclave utilizado.



Figura 9. Fotografía del autoclave utilizado y sito en la empresa Olmar.

Cabe destacar que el autoclave está fabricado íntegramente de en acero *SA 516 Grado 70*, el cual es un es un tipo de acero al carbono utilizado principalmente en la fabricación de recipientes a presión y calderas, como es el caso de los autoclaves. Este tipo de acero ofrece alta resistencia a la tracción, lo que le permite soportar presiones elevadas, y una excelente tenacidad, que previene fracturas bajo cargas dinámicas. Además, su ductilidad permite que se deforme sin romperse, lo que es clave en entornos sometidos a esfuerzos mecánicos. Su buena soldabilidad facilita su fabricación y ensamblaje. A su vez es adecuado para trabajar en temperaturas elevadas, lo que lo convierte en una opción ideal para autoclaves industriales.

El autoclave está equipado con un par de baterías eléctricas, comúnmente conocidas como resistencias, cada una con una potencia de 50 kW, un voltaje de 400 V y dimensiones de 600 x 720 x 200 mm. Estas resistencias de superficie, ubicadas en el interior del autoclave, calientan el aire que circula mediante un ventilador, proporcionando el calor necesario para alcanzar y mantener las temperaturas requeridas en los procesos industriales. Para asegurar una convección homogénea en su interior, se utiliza un ventilador equipado con un rodete de la marca Llorvesa, que tiene un diámetro de 418 mm. Este ventilador cuenta con una potencia de 8,6 kW y es capaz de generar un caudal de aire de 1.765 1/min, controlado mediante un variador de potencia. El ventilador del autoclave es impulsado por un motor eléctrico de 7.5 kW, configurado en estrella. Este motor opera a una corriente de 8.5 A y tiene una velocidad nominal de 1465 revoluciones por minuto. Su eficiencia es del 88.7% y presenta un factor de potencia de 0.83, lo que asegura un uso eficiente de la energía.

Para la fase de enfriamiento, utiliza una batería de refrigeración modelo *Cerezo 538A 19T-600L-6F/2,8 9c*. El refrigerante circula a través de las tuberías de la batería, absorbiendo el calor del aire o del líquido circundante. Este proceso enfría el medio, permitiendo que el aire o el líquido tratado alcance temperaturas deseadas.

Para el control y monitorización del funcionamiento del autoclave industrial se dispone de una serie de sensores que supervisan los ciclos de calentamiento y enfriamiento. La Figura 10 muestra una fotografía del interior del autoclave donde se pueden observar algunos de los sensores utilizados.



Figura 10. Cámara vacía del autoclave con los sensores de temperatura y presión.

Por un lado, se dispone de una serie de termopares que han sido ubicados estratégicamente para medir la temperatura en el interior del autoclave. En concreto, se trata de termopares del tipo K cuya longitud total es de 300 mm y disponen de una conexión H de media pulgada. Estos sensores tienen un rango de temperaturas de funcionamiento de 0 a 1.200 °C y disponen de una precisión de \pm 2% de acuerdo con la normativa DIN 43735 (KEW, 2024). La Figura 11 muestra una fotografía de uno de estos termopares.



Figura 11. Fotografía de uno de un termopar tipo K como los utilizados en el autoclave. [Fuente: (KEW, 2024)].

Por otro lado, se dispone de una serie de presostatos que permiten conocer en tiempo real la presión en el interior del autoclave. En este caso concreto, se han utilizado sensores modelo *Shubert CV3100-A1-061* que tienen un rango de presiones de funcionamiento de entre 0 y 400 bar y una precisión de \pm 0.15%. Indicar que estos presostatos cuentan con una válvula de seguridad de corte modelo *Labom* de media pulgada para evitar presurizaciones extremas (Labom, 2024). La Figura 12 muestra una fotografía de uno de los presostatos utilizados.



Figura 12. Fotografía de uno de los presoestatos utilizados. [Fuente: (Labom, 2024)]

A su vez, el autoclave cuenta con un sistema de monitorización en tiempo real cuyo software es propiedad de la empresa OLMAR. Este software, contiene una interfaz intuitiva y eficiente para la supervisión continua de las condiciones internas del autoclave en términos de temperatura y presión. En concreto, se trata de un software basado en SCADA (*Supervisory Control and Data Acquisition* por sus siglas en inglés), de modo que su sistema de comunicación es bidireccional de modo que pueden recopilarse datos y enviar órdenes, lo que permite la identificación inmediata de patrones y comportamiento durante la fase de curado.

4.2. Métodos

La implementación de los ciclos de funcionamiento se realizó de forma estandarizada y meticulosa de modo que se asegurara la reproducibilidad de todos los ensayos. Este protocolo incluyó la configuración de parámetros clave como la velocidad de calentamiento, los tiempos de curado y las tasas de enfriamiento.

Los procedimientos de prueba aplicados siguen el formato TUS (*Temperature Uniformity Surveys* por sus siglas en inglés) ya que esta tipología proporciona la información necesaria para alimentar posteriormente a los modelos numérico y analítico de forma estandarizada (García-López & Álvarez-Tey, 2023). En concreto, se realizaron dos ciclos térmicos completos, imponiéndose idénticas condiciones de funcionamiento y tienen la misma curva de tratamiento para detectar posibles anomalías en las mediciones. Cabe destacar que, en el contexto del tratamiento de composites en un autoclave, el término curva de tratamiento se refiere a un conjunto sistemático y predefinido de parámetros y condiciones de procesamiento utilizado para guiar el ciclo de fabricación de materiales compuestos (Ramos-Masana, 2020). Estos parámetros incluyen, pero no se limitan a, variables como la temperatura, presión, duración del ciclo y secuencia de eventos específicos.

Así, el procedimiento experimental de medida para cada ciclo ha seguido los pasos que indica la Figura 13.



Figura 13. Diagrama de flujo de las pruebas experimentales.

Así pues, en primer lugar, se procede a la configuración del proceso de funcionamiento del autoclave, comenzándose con el test de uniformidad TUS en condiciones de vacío. Esta configuración implica el uso de dos crucetas ubicadas en la cámara y separadas entre sí por metro y medio de distancia. La cruceta anterior se encuentra a medio metro de distancia del final de la cámara, marcado por el intercambiador de calor. La cruceta anterior se sitúa a la entrada de la cámara, siendo la distancia al intercambiador de un total de dos metros. Así, en cada intersección de crucetas se instalan cinco termopares, por lo que se han utilizado diez termopares en total. La distribución de estos termopares (ver Figura 15) es de uno en el centro del aspa y el resto repartidos de forma homogénea (distancia angular de 90° entre sí) a 20 cm de la mampara.

En segundo lugar, se llevan a cabo las mediciones durante un ciclo de prueba que permita evaluar la uniformidad térmica del autoclave. Para ello, se utilizan los diez termopares de forma que se obtiene la distribución de temperaturas que dan como resultado el rendimiento térmico. La Figura 14 y la Figura 15 muestran fotografías de las crucetas de termopares utilizadas.



Figura 14. Detalle de un termopar en cruceta.



Figura 15. Situación de termopares en la segunda cruceta.

La curva de tratamiento en este contexto actúa como una directriz detallada que prescribe las condiciones óptimas para la polimerización controlada de la resina y la consolidación de las fibras de refuerzo durante el proceso de curado en el autoclave. Su importancia radica en la influencia directa que tiene sobre las propiedades mecánicas y térmicas del material compuesto resultante. La formulación precisa de la curva de tratamiento es esencial para asegurar la calidad, la consistencia y el rendimiento deseado en la producción de componentes compuestos en aplicaciones críticas.

La curva de tratamiento aplicada consta de dos procesos bien diferenciados: fase de calentamiento y de enfriamiento. En primer lugar, la fase de calentamiento está regulada mediante dos parámetros fundamentales: la temperatura y la presión, los cuales se monitorean y ajustan continuamente para cumplir con las especificaciones del ciclo de tratamiento. En cuanto a la temperatura, se establece un objetivo de 170°C, conocido como *setpoint* o temperatura de referencia. El calentamiento comienza desde la temperatura ambiente, aumentando progresivamente según una rampa de calentamiento predefinida de 2°C por minuto. Este ritmo de incremento garantiza que los materiales se calienten de manera uniforme, evitando tensiones térmicas que puedan comprometer la integridad del producto. Además, se controla la diferencia máxima de temperatura permitida durante esta fase, que se ha fijado en 50°C, para asegurar que las variaciones térmicas dentro del autoclave se mantengan dentro de márgenes aceptables, preservando la calidad del material tratado.

Paralelamente, la presión dentro de la cámara del autoclave se regula con un objetivo de alcanzar 4 barg. Al inicio de la fase de calentamiento, la presión es de 0 barg y aumenta gradualmente siguiendo una rampa de 0,2 barg por minuto. Este incremento controlado permite que el material y los gases presentes en el interior del autoclave se adapten a los cambios de temperatura sin generar sobrepresiones que puedan perjudicar el proceso. De igual manera, se establece un límite en la diferencia máxima de presión de 3 barg, lo que asegura que las variaciones de presión entre el objetivo y los valores reales no excedan un umbral que pudiera afectar la seguridad o la calidad del ciclo de tratamiento. La Figura 16 muestra un diagrama de flujo de esta fase.



Figura 16. Diagrama de flujo de la fase de calentamiento en la curva de tratamiento.

En segundo lugar, la curva de enfriamiento busca asegurar que los materiales procesados alcancen las condiciones finales requeridas sin comprometer sus propiedades físicas.

En cuanto a la temperatura, el objetivo es reducirla de la temperatura final de curado, que es de 170°C, hasta un *setpoint* de 40°C. Este descenso se realiza de forma controlada, a una velocidad de 3°C por minuto, lo cual permite un enfriamiento gradual de los materiales. Este ritmo moderado es esencial para evitar posibles tensiones internas en los materiales, que podrían generar deformaciones o alteraciones no deseadas. Además, se establece una diferencia máxima de temperatura de 50°C entre diferentes puntos del autoclave, lo que garantiza que el

enfriamiento sea uniforme y evita gradientes térmicos que pudieran afectar la calidad del proceso.

Simultáneamente, la presión también se regula con precisión durante esta fase. Al inicio del enfriamiento, la presión es igual a la presión final de calentamiento, es decir, 4 barg, y debe descender hasta llegar a 0 barg, siguiendo una rampa de descenso de 0,3 barg por minuto. Este control gradual de la presión asegura que la liberación de gases o la despresurización de la cámara se realice de manera suave, sin crear alteraciones en el material tratado. Al igual que con la temperatura, se impone una diferencia máxima de presión permitida de 3 barg, para mantener la estabilidad del proceso. La Figura 17 muestra un diagrama de flujo de esta etapa.



Figura 17. Diagrama de flujo de la fase de enfriamiento en la curva de tratamiento.

Por último, una vez finalizada la curva de tratamiento, se procede a la extracción de los datos a través del software SCADA para su tratamiento posterior.

Modelo numérico Justificación del modelo numérico

El uso de modelos numéricos se ha consolidado como una herramienta indispensable en la ingeniería de materiales compuestos, especialmente en la optimización de los procesos térmicos en el interior de autoclaves. La capacidad de resolver ecuaciones matemáticas sin necesidad de las simplificaciones que requieren las soluciones analíticas permite un análisis detallado y preciso de fenómenos complejos.

En este contexto, la Dinámica de Fluidos Computacional (*Computational Fluid Dynamics*, CFD por sus siglas en inglés) se destaca por su habilidad para simular y analizar el comportamiento del flujo de fluidos y la transferencia de calor de manera efectiva (Gupta et al., 2014). En concreto, resuelve las ecuaciones que gobiernan la mecánica de fluidos y la transferencia de calor en cada una de las celdas en las que se discretiza la geometría, obteniéndose una serie de resultados. En concreto, aplica las ecuaciones de la conservación de la masa, conservación de la cantidad de movimiento y la ecuación de la energía.

Así pues, los modelos numéricos presentan como principal ventaja que, una vez han sido validados experimentalmente, se puedan llevar a cabo numerosos ensayos con un coste menor y logrando obtener una mayor información. Esto sin duda supone una gran ventaja económica. Además, en algunos casos los modelos numéricos son complementados con simulaciones experimentales, lo que supone un aumento del nivel de información que se puede extraer de una determinada investigación (Rojas-Sola et al., 2016).

En los últimos tiempos, el desarrollo de ordenadores cada vez más potentes ha disparado los avances logrados en el campo del CFD. De hecho, empresas como AttsuKlauss u OLMAR han apostado por la implementación de departamentos destinados íntegramente a la realización de simulaciones numéricas para mejorar o desarrollar nuevos productos relacionados con autoclaves (ATTSUKLAUS S.L.U, 2024; OLMAR Autoclaves, 2024). Esto les permite mejorar su competitividad empresarial y estar a la vanguardia dentro de su sector. Sin embargo, el gran problema de los modelos numéricos basados en CFD radica en la dificultad para validar los resultados obtenidos. A pesar de que los softwares existentes proporcionan numerosos datos, éstos requieren de una validación con algún tipo de resultado experimental para que sean considerados correctos. Por ello, una parte fundamental de un trabajo de investigación es desarrollar modelos numéricos que puedan dar resultados útiles para el fin buscado. En el caso concreto de esta Tesis doctoral se utilizará el software comercial específico de CFD desarrollado por ANSYS Inc denominado FLUENT y del cual la Universidad de Oviedo cuenta con licencia (Matsson, 2023). Este programa está dividido en tres módulos: preprocesador, procesador y postprocesador. Tanto el preprocesador como el postprocesador están provistos de una interfaz de gráfica para poder trabajar de forma cómoda con la geometría y el mallado, mientras que el procesador aplica el modelo numérico para obtener resultados.

Para trabajar con modelos numéricos basados en CFD se requiere de un flujo de trabajo determinado, tal y como muestra la Figura 18.



Figura 18. Flujo de trabajo modelo numérico

En concreto, se comienza con la definición precisa de la geometría del dominio a estudiar, que en este caso incluye el autoclave. A continuación, se genera un mallado del dominio, dividiéndolo en celdas donde se resolverán las ecuaciones fundamentales de la mecánica de fluidos y transferencia de calor. Este mallado debe equilibrar la precisión y la eficiencia computacional.

Posteriormente, se seleccionan y configuran los modelos fisicomatemáticos más adecuados, tales como los modelos de turbulencia y de transferencia de calor. Además, también se establecen las condiciones de contorno e iniciales para el sistema, que definen las interacciones en los límites del dominio y el estado inicial del autoclave. Una vez configurado, el modelo resuelve de forma iterativa las ecuaciones de conservación de la masa, cantidad de movimiento y energía en cada celda del mallado hasta alcanzar una solución estable. Los resultados obtenidos deben tener sentido físico y estar validados con los resultados experimentales, proporcionando una comprensión profunda y detallada del comportamiento del sistema bajo estudio.

5.2. Fundamentos teóricos del modelo numérico

Los fundamentos teóricos que rigen un modelo numérico basado en CFD son las ecuaciones de Navier-Stokes que son ecuaciones diferenciales en derivadas parciales no lineales que describen el movimiento de un fluido. En concreto, se fundamenta en tres ecuaciones: conservación de la masa (Eq 4), cantidad de movimiento (Eq 5) y energía (Eq 6).

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla(\rho \cdot \vec{v}) = 0 \qquad \qquad \text{Eq 4}$$

$$\frac{\partial(\rho \cdot \vec{v})}{\partial t} + \vec{v} \cdot \nabla(\rho \cdot \vec{v}) = -\nabla p + \nabla \tau + \rho \cdot \vec{g} \qquad \text{Eq 5}$$

$$\frac{\partial}{\partial t}\rho \cdot \left(v + \frac{v^2}{2}\right) = -\nabla \rho \cdot \vec{v} \cdot \left(v + \frac{v^2}{2}\right) - \nabla \vec{q} + \rho \cdot (\vec{v} \cdot \vec{g}) - \nabla p \cdot \vec{v} \qquad \text{Eq 6}$$
$$+ \nabla (\tau \cdot \vec{v}) + q$$

Donde ρ es la densidad del fluido [g/m³], t es el tiempo [s], v es la velocidad en la dirección considerada [m/s], p es la presión [Pa], τ es la tensión [Pa] y g es la aceleración de la gravedad [m/s²].

Para simplificar estas ecuaciones, se aplican una serie de suposiciones como que el fluido se considera newtoniano de modo que los esfuerzos viscosos son proporcionales a la velocidad de deformación y al coeficiente de viscosidad. Adicionalmente, el fluido se comporta como incompresible. De este modo, las ecuaciones anteriores se simplifican enormemente y quedan como se observa en la Eq 7 y en la Eq 8.

$$\nabla(\rho \cdot \vec{v}) = 0 \text{ ó } \nabla(\vec{v}) = 0$$
 Eq 7

$$\rho \cdot \vec{g} - \nabla p + \mu \cdot \nabla^2(\vec{v}) = p \cdot \frac{d\vec{v}}{dt} \qquad \text{Eq 8}$$

Donde μ es la viscosidad dinámica [kg/ms].

La resolución de estas ecuaciones requiere de la utilización de ordenadores y la implementación de métodos iterativos de resolución de ecuaciones, ya que la resolución analítica sólo puede realizarse para casos muy elementales. En el caso de los modelos CFD se aplican diferentes métodos que van desde las diferencias finitas, elementos finitos, métodos espectrales y volúmenes finitos. En el caso de esta Tesis se utilizará el método de volúmenes finitos.

Adicionalmente, puesto que los fluidos están fuertemente influenciados por la turbulencia, se debe tener en cuenta el régimen turbulento dentro de la resolución del modelo numérico. Esto es debido a que los fluidos tienden a volverse inestables cuando se acercan a un cierto valor del número de Reynolds (Re) (Smits et al., 2011). Dependiendo del valor de Re se puede considerar que el flujo es laminar o turbulento, lo que afecta directamente a las condiciones turbulentas del flujo. En concreto, en flujos considerados laminares el fluido es menos caótico y más uniforme, pero esta situación no suele darse en la vida real por lo que se trabaja en condiciones turbulentas. En este caso, el movimiento se vuelve no estacionario y la velocidad varía de forma aleatoria.

Así pues, el análisis del efecto de la turbulencia en fluidos es una tarea compleja ya que se requiere por lo general de una gran capacidad computacional. Por lo tanto, los modelos CFD incorporan modelos de turbulencia que permiten tener en consideración estos efectos, siendo los más importantes los modelos RANS (*Reynolds Average Navier Stokes* por sus siglas en inglés) y modelos LES (*Large Eddy Simulations* por sus siglas en inglés). En el caso de la presente Tesis se ha utilizado el modelo de turbulencia RANS tipo $k - \epsilon RNG$ que deriva de las ecuaciones instantáneas de Navier-Stokes (Choudhury, 1993).

La utilización del modelo de turbulencia $k - \epsilon RNG$ atiende a criterios de equilibrio entre precisión y costo computacional (Adanta et al., 2020) y ha sido aplicado por otros autores en investigaciones similares a la presentada ya que está bien documentada su efectividad en términos de energía cinética turbulenta y tasa de disipación (Panchal et al., 2022). Cabe destacar que la utilización del modelo de turbulencia $k - \epsilon RNG$ requiere de un tratamiento exhaustivo del mallado en las zonas próximas a las paredes de la geometría considerada, lo que aumenta la precisión y fiabilidad del modelo (Suárez López, 2012).

Debido a la propia naturaleza de la investigación se necesita incorporar un modelo de radiación. En este sentido, los modelos numéricos de CFD utiliza diferentes modelos de radiación, si bien todos parten de la ecuación general que representa la transmisión de calor por radiación (ver Eq 9).

$$\frac{dl(\vec{r},\vec{s})}{ds} + (a + \sigma_s) \cdot l(\vec{r},\vec{s}) = a \cdot n^2 \cdot \frac{\sigma \cdot T^4}{\pi} + \frac{\sigma_s}{4 \cdot \pi} \cdot \int_0^{4\pi} l(\vec{r},\vec{s'}) \cdot \phi(\vec{s} \cdot \vec{s'}) d\Omega'$$
 Eq.9

Donde \vec{r} es el vector de posición, \vec{s} es el vector director, $\vec{s'}$ es el vector director de la dispersión, s es la longitud de la trayectoria, a es el coeficiente de absorción, n es el índice de refracción, σ_s es el coeficiente de dispersión, l es la intensidad de radiación que depende de la posición y de la dirección, ϕ es la función de fase y Ω' es el ángulo sólido.

El modelo numérico de CFD FLUENT contiene cinco modelos para la simulación de la transmisión de calor por radiación: modelo P-1, modelo Rosseland, modelo de Transferencia de Radiación Discreta (Direct Transference Radiation Model, DTRM por sus siglas en inglés), modelo de Ordenadas Discretas (Discrete Ordered DO, por sus siglas en inglés) y modelo de Superficie a Superficie (Surface to Surface, S2S por sus siglas en inglés).

En primer lugar, los modelos P1 y *Rosseland* están principalmente enfocados a trabajar en ambientes con polvo en suspensión de modo que un medio participante es quién absorbe la radiación (**Goebel & Mundt**, 2011). En segundo lugar, tanto el modelo DTRM como el S2S poseen las mismas características y ambos trabajan con "radiación gris", de modo que sus propiedades son independientes de su longitud de ondas (Chhanwal et al., 2010a). Sin embargo, el modelo S2S pre-calcula esos rayos previamente mientras que DTRM lo realiza sobre la marcha.

Para la presente Tesis se ha elegido el modelo DO ya que es capaz de resolver las ecuaciones de radiación de manera detallada, tomando en cuenta aspectos como la anisotropía (Maadi et al., 2019). Este aspecto es esencial en autoclaves ya que, debido a la geometría, se producen patrones de radiación no uniformes. Además, el modelo DO presenta una mayor versatilidad por cuando maneja una amplia gama de condiciones en medios transparentes y semitransparentes (Chhanwal et al., 2010b). Esto permite que la simulación sea precisa. Por último, el modelo DO se acopla con facilidad a otros mecanismos de transferencia de calor como la conducción y la convección, lo que proporciona una visión holística del comportamiento térmico del autoclave (Stefanidis et al., 2007). Así, se puede comprender el proceso de enfriamiento de manera detallada.

5.3. Modelización numérica

Como se ha indicado anteriormente, para comprender y optimizar la fase de enfriamiento en autoclaves es fundamental desarrollar un modelo numérico detallado y preciso. En concreto, se ha trabajado con los modelos numéricos que se exponen a continuación:

- Modelos numéricos preliminares.
- Modelo tridimensional: sin y con carga.

La descripción de estos modelos numéricos incluye la definición de la geometría del sistema, la creación de un mallado adecuado, la especificación de las condiciones de contorno e iniciales y el procedimiento de la simulación. Cada uno de estos elementos es crucial para garantizar la precisión y la fiabilidad de los resultados obtenidos. Así pues, a continuación, se detallarán cada uno de los modelos numéricos implementados para simular de manera efectiva el proceso de enfriamiento de autoclaves.

5.3.1. Modelos numéricos preliminares

En primer lugar, se ha trabajado con dos modelos numéricos preliminares para comprender el funcionamiento del autoclave y el comportamiento de sus condiciones de contorno en un modelo CFD. En concreto, se ha trabajado con los siguientes:

- Modelo bidimensional planar.
- Modelo bidimensional axisimétrico.

5.3.1.1. Modelo bidimensional planar

En primer lugar, se ha realizado un modelo bidimensional (2D) planar como una aproximación al problema, estudiándose únicamente la sección central del autoclave. Cabe destacar que un modelo planar es aquel en el que la sección a analizar es un simple corte bidimensional de la geometría con un ancho en la dirección perpendicular de un metro. El objetivo de este modelo numérico es calibrar el problema y lograr alcanzar una primera solución. La Figura 19 muestra la geometría utilizada.



Figura 19. Geometría del modelo bidimensional planar.

Tal y como se puede apreciar, en el interior de la cámara del autoclave se ha introducido la mampara de distribución de flujo uniforme (amarillo). Esta geometría bidimensional ha sido dibujada mediante el software *Design Modeler* que trabaja en un entorno CAD (*Computer Aided Design* por sus siglas en inglés) y que permite una rápida introducción de geometrías sencillas (Kishan et al., 2020).

A continuación, se definió una malla de 4244 elementos, siendo en su gran mayoría cuadriláteros lo que facilita la simulación en su conjunto. Este número de celdas se puede considerar suficiente teniendo en cuenta que se trata de un modelo numérico de primera aproximación al problema. A su vez, en las zonas redondeadas se dispusieron triángulos para poder adaptarse mejor a la geometría. Esta malla ha sido generada mediante el software del propio módulo de ANSYS FLUENT denominado *ANSYS Meshing*. Cabe destacar, que se realizó un análisis de la sensibilidad de la malla lográndose un factor de asimetría de 0,0898 y una calidad ortogonal de 0,986; destacando que la calidad del mallado es óptima cuando los valores de asimetría se acercan a cero y la calidad ortogonal es más cercano a 1 (Jamil & Al-Kayiem, 2015). La Figura 20 muestra una imagen del mallado utilizado.



Figura 20. Vista del mallado implementado en el modelo bidimensional planar.

Adicionalmente, también se introdujeron las condiciones de contorno que permiten resolver las ecuaciones diferenciales que gobiernan el modelo. Cabe destacar que el flujo será considerado transitorio y los muros serán adiabáticos. En concreto, se definieron las siguientes condiciones de contorno (ver Figura 21): paredes (externas,4; internas, 3), ventilador (5), simetría (1) y radiador (2).



Figura 21. Condiciones de contorno en el modelo planar

En concreto, las superficies sólidas que definen el contorno del autoclave se han configurado como condición de pared o *wall*. Además, puesto que también se quiere conocer su comportamiento térmico, estos elementos han sido mallados mediante la condición *coupled* que permite simular efectos de conducción térmica a través de las paredes sólidas del autoclave. Además, también se ha introducido como condición de contorno la entrada de presión que genera el ventilador en el interior del autoclave. En concreto, se conformará como *piecewise-polynomial* de tres tramos. Esto permite trabajar con la ecuación de funcionamiento del ventilador bajo diferentes rangos de velocidades atendiendo a su curva de funcionamiento. La ecuación de comportamiento del ventilador es la que se indica en la Eq 10 y que ha sido obtenida a partir de la curva experimental del mismo (ver Figura 22).



Figura 22. Curva de funcionamiento del ventilador del autoclave.

Cabe reseñar que a pesar de que la forma estandarizada de definir un ventilador es mediante la curva presión vs caudal el programa ANSYS Fluent solicita la curva de presión en función de la velocidad normal del ventilador. Tras la transformación las funciones insertadas son las siguientes:

$$p = \begin{cases} 308 \ Pa; \ si \ v < 0 \\ -20 \cdot v^2 + 160 \cdot v + 308 \ (Pa); \ si \ 0 < v < 9,6 \frac{m}{s} \\ 0 \ Pa; \ si \ v > 9,6 \frac{m}{s} \end{cases}$$
 Eq

Adicionalmente, y puesto que el autoclave dispone de una geometría que permite aplicar la condición de contorno de simetría, se considera que el flujo es simétrico con respecto a una superficie, no existiendo flujo a través del contorno y considerando que las derivadas de las variables en la dirección normal a dicho contorno han de ser iguales a cero.

Para especificar la caída de presión como el coeficiente de transferencia de calor y las funciones de velocidad a través del radiador, se ha especificado la función radiator de modo que se simula el intercambio de calor. En concreto, se encontrará a una temperatura de 293 K correspondiente a los 20°C del agua de refrigeración en el intercambiador de calor. El *h* será de 6333,6 W/m²K. Este valor se ha obtenido proporcionalmente a partir de la superficie de aletas del intercambiador real, del coeficiente de las mismas y la equivalencia respecto a la superficie del radiator del modelo.

Por último, se procedió a introducir las condiciones de operación del modelo numérico. En primer lugar, se definieron los materiales con los que va a trabajar el modelo, siendo el material que conforma el autoclave el acero y el fluido aire. Este último ha sido considerado como un gas ideal incompresible para el cálculo de la densidad. Además, se ha mantenido por defecto el valor de la presión atmosférica y se ha trabajado con la aceleración de la gravedad para poder estudiar el efecto de la flotabilidad y la convección natural. Cabe destacar que no se han especificado parámetros relacionados con la aproximación de Boussinesq ya que la variación de la densidad del fluido con la temperatura se ha modelado suponiendo que el aire se comporta como gas ideal incompresible, excepto para variaciones de temperatura. Como criterio de convergencia se han utilizado suficientes iteraciones de forma que el valor del residuo de cada variable (diferencia entre el valor de una nueva solución y la anterior) sea inferior a 10-6. En todos los casos, los residuos han de ser lo suficientemente pequeños para tener la seguridad de que la solución haya convergido.

La inicialización del modelo se realizará a una temperatura de 518 K, debido a que la temperatura de diseño del autoclave es de 245°C. Además, el tiempo de enfriamiento se sitúa en torno a los 40 minutos, por ende, el tiempo de paso será de 0,1 s para un total de 25000 pasos temporales transitorios Este paso temporal transitorio aumenta conforme disminuye el enfriamiento, de modo que se agiliza la simulación.

5.3.1.2. Modelo bidimensional axisimétrico

Tras comprobar que el modelo bidimensional planar ofrecía soluciones consistentes, se procedió a implementar un modelo 2D, pero en este caso axisimétrico. En concreto, la geometría del autoclave permite implementar una figura de revolución alrededor del eje con un coste computacional reducido en comparación a un tridimensional. En este sentido, se crearon cuatro submodelos axisimétricos (MAX):

- MAX1: Modelo axisimétrico vacío sin efectos de radiación.
- MAX2: Modelo axisimétrico vacío con efectos de radiación.
- <u>MAX3</u>: Modelo axisimétrico con pieza de fibra de carbono y sin radiación.
- <u>MAX4:</u> Modelo axisimétrico con tubos concéntricos de fibra de carbono sin radiación.

A continuación, se procede a detallar cada uno de los submodelos detallando sus características principales.

En primer lugar, el modelo MAX1 tiene una geometría idéntica al bidimensional planar, pero se ha considerado características axisimétricas lo que simula en cierta forma una estructura tridimensional. Es decir, el análisis es tridimensional, pero se trabaja con una geometría 2D lo que simplifica el modelo. Para ello, se realizan dos modificaciones: se aumenta y se optimiza el mallado y se cambia la condición de contorno de simetría por una de axisimetría (o *axis*).

Como se ha comentado anteriormente, se ha aumentado el número de celdas que componen el mallado del modelo alcanzando el valor de 9621. En este caso, el modelo de sensibilidad de malla arrojó resultados de 0,0851 en asimetría y 0,986 en calidad ortogonal; considerándose óptimos. En cuanto a las condiciones de contorno, todas son análogas al modelo 2D planar menos la relativa a la axisimetría, por lo que la geometría se somete a una revolución de 360° respecto al eje de simetría del autoclave (ver Figura 23).



Figura 23. Condición de contorno axisimétrica en el modelo MAX1.

Cabe destacar que las condiciones de operación se mantienen exactamente igual que en el modelo bidimensional planar.

En segundo lugar, se trabajó con el modelo MAX2 donde tanto la geometría, el mallado y las condiciones de operación son análogas a MAX1. Solamente se añadió al método de resolución la radiación, utilizándose para ello el modelo DO explicado en secciones anteriores. En concreto, se definieron diez iteraciones del modelo DO con ángulos de discretización de entre 6 y 3 para lograr una precisión adecuada (Filippov et al., 2016). De este modo, se tienen en cuenta efectos de radiación que pueden estar implícitos durante la fase de enfriamiento del autoclave y que puedan modificar los resultados obtenidos.

Por último, y de forma simultánea, se trabajó con los modelos MAX3 y MAX4. Ambos modelos suponen la existencia de una pieza de fibra de carbono en el interior del autoclave de idéntico volumen, si bien en el caso de MAX3 se trata de un único sólido mientras que MAX4 se compone de múltiples tubos concéntricos de igual volumen total que MAX3. Cabe destacar que en la implementación de estos modelos no se ha tenido en cuenta efectos de radiación para simplificar la computación. La Figura 24 muestra una figura comparativa entre ambos modelos, donde se puede apreciar en la parte superior MAX3 y en la parte inferior MAX4:



Figura 24. Comparativa MAX3 y MAX4

Por un lado, el modelo MAX3 consiste en tubo de fibra de carbono de 1,5 m de largo, 1 m de radio exterior y 0,9 m de radio interior que se sitúa en el centro del autoclave y se somete al proceso de enfriamiento. Este material ha sido definido a través de bibliografía suponiéndole los valores que se detallan en Tabla 9 (Minus & Kumar, 2005).

ρ	2000 kg/m ³
	1 kJ/kgK
k	7 W/mK

Tabla 9. Propiedades del material de fibra de carbono.

Donde C_p es el coeficiente de calor específico [J/kgK].

En este caso, se ha aumentado la densidad de mallado hasta las 16776 celdas, obteniéndose un factor asimétrico de 0,0797 y una ortogonalidad de 0,987; considerándose válido. La Figura 25 muestra una captura de pantalla de la disposición del mallado en MAX3. En cuanto a las condiciones de contorno aplicadas en MAX3 (y también MAX4), se ha añadido a las ya existentes una de entrada de presión (*pressure inlet*) de 8 barg de presión que se corresponde con el valor de presión que debe mantenerse constante en el interior del autoclave.



Por otro lado, en el modelo MAX4 se han simulado siete tubos de fibra de carbono con idéntica longitud y características que MAX3, de modo que el volumen total de la suma de los siete tubos sea idéntico a la pieza de fibra de carbono anterior (MAX3). Así, cada tubo tiene un diámetro de 30 mm y se encuentran separados entre sí 23 mm, estando todo el conjunto nuevamente en el centro del autoclave. La Figura 26 muestra una captura de pantalla de esta configuración junto con una

comparación con el modelo MAX3.

54



Figura 26. Comparación entre las geometrías MAX3 y MAX4.

El mallado utilizado se basa en la utilización de celdas cuadradas (*all quad*) de 23904 elementos con una asimetría de 0,133 y una ortogonalidad de 0,97. Esta variación de los resultados obtenidos se debe a que la incorporación de los tubos modifica el mallado y la cámara del autoclave pierde uniformidad, lo que provoca una mayor distorsión en la continuidad de malla. Sin embargo, atendiendo a los resultados del análisis de sensibilidad se considera un mallado óptimo. La Figura 27 muestra una captura de pantalla con la malla aplicada en MAX4.



Figura 27. Mallado del modelo MAX4.

Cabe destacar que en el caso específico del modelo MAX4 se han realizado simulaciones donde se ha variado h para estudiar cómo afecta este parámetro a la curva de enfriamiento. En concreto, los valores de h analizados fueron de 22500, 10000, 3000, 2000 y 1000 W/m²K.

5.3.2. Modelo tridimensional sin carga 5.3.2.1. Geometría

Se decide realizar un modelo tridimensional debido a las limitaciones geométricas propias de los modelos axisimétricos. Para ello, se han realizado diferentes modificaciones en la zona del suelo del autoclave en busca de una mayor semejanza con el autoclave piloto. En la Figura 28 se muestra el interior del autoclave y las modificaciones en el suelo del mismo.



Figura 28. Geometría del modelo tridimensional sin carga.

Las dimensiones y las características generales se conservan respecto a los modelos 2D. Del mismo modo, las condiciones de contorno se mantienen inalteradas.

Cara a este modelo 3D, y dada la complejidad del mismo, se han llevado a cabo una serie de estudios previos con el objetivo de optimizar el cálculo del mismo. En primer lugar, se desarrolla un modelo absolutamente simplificado a todos los niveles: sin espesores, con una caja negra en la zona del ventilador y sin bandeja en la cámara. En esta primera aproximación solo se pretende asegurar un funcionamiento lógico del fluido y el autoclave con la geometría 3D.

En una segunda aproximación se realizan mejoras en el suelo del autoclave (una geometría más realista y cercana al autoclave experimental) y se incluye una bandeja de material en la cámara principal. El comportamiento de esta segunda simulación también es el esperado. Por último, en el modelo definitivo se ha introducido la geometría del autoclave utilizándose para ello los datos facilitados por la empresa OLMAR y que se corresponden con los del autoclave utilizado en las pruebas experimentales.

5.3.2.2. Mallado

Una vez definida la geometría, se procede a mallar el modelo numérico. La Figura 29 muestra una infografía del mallado aplicado.



Figura 29. Infografía con el mallado del modelo numérico.

Con la geometría descrita en el apartado anterior se realiza un estudio de sensibilidad de malla. Este consiste en realizar una serie de simulaciones bajo una misma geometría y condiciones del sistema, pero modificando el número total de celdas del mallado. Con esto se pretende buscar el número mínimo de celdas con el cual tanto el sistema como sus resultados se estabilizan. Se procede a comparar la temperatura media del aire en el autoclave (°C) respecto al número de celdas con las que se ha desarrollado el cálculo. La Figura 30 muestra los diferentes valores de temperatura ambiental en función del número total de celdas considerado.



Figura 30. Análisis de sensibilidad de malla.

A la vista de los resultados, el mallado seleccionado para proceder a la resolución de este caso será el de 2 millones de celdas, ya que es el menor número de celdas que garantiza unos resultados estables.

5.3.2.3. Condiciones de contorno y procesamiento

En primer lugar, cabe destacar que en el modelo tridimensional se han aplicado las mismas condiciones de contorno que en los modelos bidimensionales, a excepción de la condición *symmetry/axis* por la propia naturaleza del caso. Sin embargo, para ajustar correctamente el funcionamiento de la mampara y obtener así datos fiables se llevó a cabo un estudio de funcionalidad de las condiciones de contorno. Con esto se pretende conocer de una mejor forma el entorno de trabajo y poder acometer simplificaciones en la geometría y en el cálculo que repercutan en el coste computaciones del modelo, pero no así en su calidad final.

Para ello se crea una nueva geometría de estudio. Esta geometría será un cilindro de 20 m de longitud por 1 m de radio. El tubo se encontrará a una temperatura inicial de 400 °C y se le introducirá aire (condición de contorno v_{inlet}) a 0°C y se analiza cómo se desarrolla el sistema. El tubo dispone de una salida de aire (P_{inlet}) en la cara opuesta.

Originalmente se realizarán cuatro casos de estudio sobre el modelo, los cuales se distinguirán según las características de su cara exterior:

- <u>Caso 1:</u> sin espesor externo. Contorno adiabático.
- <u>Caso 2:</u> se crea una tubería física de radio interno un metro y un radio externo de 1,1 metros. Caras exteriores adiabáticas, cara interna (en contacto con el fluido) tipología "*compled*".
- <u>Caso 3</u>: como en el caso 1 pero con una "*wall thickness*" (espesor de virtual de pared en un modelo de simulación. Sin embargo, si se especifica un grosor para las paredes, se impone la resistencia térmica adecuada a través del grosor de la pared, pero no longitudinalmente a la misma.) de 0,1 metros de espesor. Material: aluminio.
- <u>Caso 4:</u> mismo modelo que en el caso 3 pero se incluye la opción "*shell conduction*" en el programa. La opción *shell conduction* crea una capa de celdas de forma automática que permite tener en cuenta la transmisión de calor longitudinalmente a lo largo de la pared.

Debido a la geometría creada para este estudio nos encontramos con que el caso 1 y el 3 entregan resultados idénticos. La misma situación de equivalencia ocurre entre los casos 2 y 4. Lo cual nos demuestra que para casos de flujos térmicos longitudinales la función *"wall thickness"* no tiene incidencia alguna mientras que la función *"shell conduction"* entrega resultados equivalentes a la caracterización y diseño de una pared de un grosor determinado.

Esta función resulta, por tanto, altamente útil a la hora de optimizar recursos de cálculo dado que se evitan tanto el diseño como el mallado de zonas (en nuestro caso, las mamparas que guían el flujo) que provocan una distorsión en la geometría por su escaso espesor (3 mm) respecto al volumen del dominio.

Por consiguiente, estas mamparas serán desarrolladas como una superficie de 3 mm de espesor virtual. La función "*shell conduction*" será activada con el objeto de tener en cuenta la propagación longitudinal del calor en estas mamparas. Para el procesamiento o *solver*, se llevó a cabo un pequeño estudio del paso temporal (time step) de la simulación. Para realizar este proceso se recurrirá a la geometría ya descrita con un mallado de 2 millones de celdas. Así, se realizaron diferentes simulaciones con pasos temporales de entre 0.1 s a 3 s y desde 50 a 100 iteraciones. Finalmente, se fijó como paso temporal óptimo el que tiene 0,5 s de duración para 30 iteraciones. Cabe destacar que la gravedad no es tenida en cuenta para estos casos debido a que se trata de un elemento hermético donde se produce una transferencia de calor por convección forzada, no natural. Por ende, debido a la acción del ventilador del autoclave, la gravedad no tiene influencia en estos modelos.

5.3.3. Modelo tridimensional con carga 5.3.3.1. Geometría

Utilizando las mismas características geométricas que en el caso sin carga, se ha realizado un modelo 3D en el que se inserta una viga en H. Las dimensiones de la viga son de un metro de longitud, 200 mm de ancho de ala, una altura de 400mm, 10mm de espesor de alma y 15 mm de espesor de ala. La Figura 31 muestra la geometría implementada en el modelo numérico con carga.



Figura 31. Geometría del modelo numérico tridimensional con viga en H en su interior.

La viga en H está fabricada de un composite, más concretamente de fibra de carbono. Se ha utilizado el mismo material de fibra de carbono cuyas características se indicaron anteriormente en la Tabla 9. Sin embargo, para esta simulación se han tenido en cuenta variaciones anisotrópicas de k en los ejes XX e YY (7 W/mK y 1 W/mK respectivamente).

5.3.3.2. Mallado

En este caso, a pesar de que se ha incorporado la viga en H en el interior del autoclave, el número de celdas total se ha mantenido en 2 millones para asegurar que el modelo converja. La Figura 32 muestra el detalle del mallado en la viga.



Figura 32. Detalle del mallado de la viga en H.

5.3.3.3. Condiciones de contorno y procesamiento

Las condiciones de contorno son idénticas a las del caso anterior, pero al incorporar la viga en H se ha tenido en cuenta una condición tipo *compled* para considerar la afección de la viga al conjunto térmico.

6. Resultados y discusión6.1. Resultados del banco de ensayos

Los valores que se pretenden extraer del banco de ensayos con el fin de obtener la información necesaria para desarrollar los modelos numérico y analítico son tanto la temperatura media de los termopares como la presión en el autoclave a lo largo del proceso. En la Figura 33 se observa la curva de enfriamiento del aire en el interior del autoclave.



Figura 33. Curva de enfriamiento del autoclave medida en el banco de ensayos.

Por su parte la Figura 34 muestra la evolución de la presión media en el autoclave a lo largo de los 57 minutos que dura la fase de enfriamiento. Cabe destacar que esta curva de presiones será utilizada cual condición de operación en la modelización numérica. Por el contrario, la evolución de la temperatura en el autoclave será el resultado objetivo que se pretende replicar en los modelos numérico y analítico. La validación se realizará mediante semejanza con esos valores.



Figura 34. Evolución de la presión dentro del autoclave.

6.2. Validación del modelo numérico

El modelo numérico se configuró de forma que reprodujera lo más fielmente posible la configuración experimental. Alineando los parámetros operativos, nos aseguramos de que el modelo reflejara con exactitud las condiciones físicas presentes durante el proceso de enfriamiento. El proceso de validación consistió en comparar los perfiles de temperatura generados por el modelo numérico Caso 1 con la curva de enfriamiento experimental. Se emplearon métricas cuantitativas, como el error cuadrático medio (*Root Mean-Square Error*, RMSE por siglas de inglés), para evaluar el rendimiento del modelo (Hodson, 2022). La *Figura 35* muestra la curva de enfriamiento obtenida a partir de los modelos experimental y numérico, utilizando el caso con el autoclave sin objeto en su interior.



Figura 35. Curva de validación de la fase de enfriamiento entre el banco de ensayos y el modelo numérico sin carga.

A la vista de los resultados, se observa un buen ajuste entre el modelo experimental y el Caso 1, con un RMSE de 1,825. Este valor se puede considerar adecuado para este tipo de estudios, siempre y cuando represente un porcentaje pequeño en relación con las magnitudes de las variables analizadas como se muestra en (Dumont et al., 2013b). Esto demuestra que el modelo numérico está validado y puede ser utilizado para un estudio del comportamiento de la fase de enfriamiento del autoclave.
6.3. Resultados del modelo numérico6.3.1. Resultados de los estudios preliminares

Como se ha indicado anteriormente, se realizaron diferentes modelos numéricos (planar y axisimétrico) simplificados para comprender el funcionamiento de las condiciones de contorno en relación con el comportamiento del autoclave. En primer lugar, en el modelo bidimensional planar se llevaron a cabo simulaciones para comprobar que, por un lado, el modelo numérico convergía con las condiciones de contorno establecidas y, en segundo lugar, que la distribución de las diferentes magnitudes tenía coherencia física. En este sentido, la Figura 36 muestra una captura de pantalla de una de las simulaciones de la velocidad.



Figura 36. Mapa de distribución de las velocidades en el interior del autoclave en el modelo bidimensional planar. En colores cálidos valores altos de velocidad, en colores fríos baja velocidad de flujo.

A continuación, en el modelo bidimensional axisimétrico, se pretende aproximar el estudio a la geometría real del autoclave. Además, se incorpora la condición de radiación para ver cómo se comporta en las condiciones de operación del autoclave. La Figura 37 muestra una infografía de la distribución de la velocidad en el interior del autoclave con geometría axisimétrica y la Figura 38 muestra los efectos de la radiación.



Figura 37. Mapa de distribución de las velocidades en el interior del autoclave en el modelo bidimensional axisimétrico. En colores cálidos valores altos de velocidad, en colores fríos baja velocidad de flujo.



Figura 38. Efectos de la radiación sobre el flujo de calor. En colores cálidos valores altos de flujo de calor radiativo, en colores fríos baja radiatividad

A la vista de los resultados, se puede observar cómo al tener en cuenta la geometría cilíndrica del autoclave, la distribución de velocidades varía con respecto al modelo planar. Esto es debido a que el flujo tiende a homogeneizarse al tener más volumen y aumentar el perímetro de la cámara del autoclave. Además, en cuanto a la radiación, se observa como existe variabilidad a lo largo del autoclave por lo que, para el modelo tridimensional, debe tenerse en cuenta al no ser uniforme.

Por último, se muestran los resultados del modelo bidimensional axisimétrico teniendo en cuenta la existencia de carga en el interior del autoclave. En concreto, la Figura 39 muestra la variación de la temperatura a lo largo del ensayo de enfriamiento en tres instantes diferentes: inicial (t_0) , intermedio (t_i) y final (t_f) .



Figura 39. Variación de la temperatura en el interior del autoclave a lo largo de la curva de enfriamiento.

Se puede observar cómo, para $t_i ext{ y } t_f$, la temperatura en el interior del autoclave no es uniforme, sino que la presencia de carga en el interior del autoclave modifica los flujos de calor. Además, el aire se enfría más rápidamente que los composites, los cuales tampoco se enfrían de forma homogénea. Por lo tanto, en el análisis tridimensional será clave tener en cuenta la presencia de una carga en el interior del autoclave para tener suficiente precisión en el comportamiento del dispositivo.

6.3.2. Resultados del modelo tridimensional con carga

En primer lugar, se muestran los resultados de variación de la temperatura y de la presión en el interior del autoclave (ver Figura 40).



Figura 40. Variación de temperatura y presión relativa en el interior del autoclave.

Como se observa, tanto la presión como la temperatura tienen el mismo patrón que en el caso de la prueba sin carga. El descenso desde los 4 bares relativos hasta la presión atmosférica se produce de forma cuasi lineal en un periodo de tiempo de unos 10 minutos. En cuanto a la temperatura media del aire en el autoclave, se observa un decrecimiento constante durante los 57 minutos de proceso. En concreto, se alcanzan unas temperaturas mínimas de en torno a los 25 °C partiendo de los 170 °C de temperatura de inicio.

Además, también se ha analizado la variación de la temperatura en la viga en H. En concreto, se ha analizado la variación promedio y superficial de toda la carga (ver *Figura 41*).



Figura 41. Variación de la temperatura promedio y superficial en la viga.

Tal como se observa la temperatura promedio en el composite evoluciona desde los 170 °C hasta unos 50 °C. Estos valores se encuentran dentro del rango habitual de descarga en este tipo de procesos con condiciones de funcionamiento análogas a las estudiadas. Entrando más de lleno en la problemática de la diferencia de temperaturas dentro de la pieza que está siendo tratada cabe recordar que, la diferencia máxima permisible entre dos puntos de la misma pieza es de 50 °C. Entonces resulta de máximo interés conocer tanto la mayor como la menor temperatura existentes en la pieza tratada de forma continua a lo largo de todo el proceso de enfriamiento. En Figura 42 se muestran las temperaturas máxima y mínima de la viga durante el enfriamiento.



Figura 42. Variación de las temperaturas máxima y mínimas a lo largo de la viga.

De manera pormenorizada, se ha calculado el diferencial de temperaturas máxima y mínima de modo que se corrobora que, en ningún caso, se excede de los 50°C prefijados en las prescripciones técnicas (ver *Figura 43*).



Figura 43. Diferencial de temperaturas máximas y mínimas.

Más allá de la evolución de temperaturas se pueden estudiar una serie de parámetros fluidotérmicos muy relevantes en el proceso para los dos elementos que sufren el enfriamiento durante el mismo: las mamparas y el composite. Estos parámetros son la tasa de transferencia (W), el flujo de calor (W/m²), los coeficientes de película (W/(m²K)) y el número de Nusselt.

En primer lugar, la tasa de transferencia (*Heat Transfer Rate, HTR* por sus siglas en inglés) es la cantidad de energía térmica transferida por unidad de tiempo entre dos superficies. En segundo lugar, el flujo de calor (*Heat Transfer Coefficient, HTC* por sus siglas en inglés) es la cantidad de energía térmica que se transfiere a través de una superficie. En tercer lugar, el coeficiente de película se define como la medida de la eficacia con la que el calor se transfiere entre una superficie sólida y un fluido en movimiento. Por último, el número de Nusselt (N_u) es una cantidad adimensional que describe la eficiencia de la transferencia de calor por convección en relación con la conducción. En concreto, la Eq 11 y Eq 12 muestran las expresiones para el cálculo *HTR* y N_u :

$$HTR = h \cdot A \cdot (T_s - T_{\infty})$$
 Eq 11

$$N_u = h \cdot \frac{L}{k}$$
 Eq 12

Donde L que en este caso coincide con la longitud de la viga [m]. Así pues, se han calculado los valores de HTR total (mampara vs viga), HTR en mampara y HTR en viga para la fase de enfriamiento del autoclave tanto en mampara como en viga (ver Figura 44, Figura 45 y Figura 46).



• HTR Viga • HTR Mamparas





HTR conveccion mampara
HTR radiation mampara

Figura 45. Variación de HTR en mampara (convección y radiación).



Figura 46. Variación de HTR en viga (convección y radiación)

Lo primero que puede apreciarse es que los valores para las mamparas son superiores que los valores para la viga en H. Esto se debe a que la superficie de las mamparas es mayor que el de la viga (el área exterior de la viga es de 1,569 m² mientras que el área equivalente de las mamparas es de un total de 10,23 m²). Por tanto, aquellos parámetros absolutos y no relativos a la superficie, como es el caso de *HTR*, favorecerán a las mamparas. Además, observando de forma pormenorizada la mampara y la viga se han calculado los porcentajes de ponderación de los mecanismos de transferencia de calor. Así, en el caso de la viga la convección representa el 75%, mientras que en el caso de la mampara es del 65%.

En relación con el flujo de calor, los valores convergen respecto a sus equivalentes de HTR debido a que se elimina la importancia del área de intercambio. Las tendencias se mantienen respecto a las analizadas para HTR y se puede apreciar que hay más enfriamiento relativo en la viga. Esto es lógico debido a que se sitúa íntegramente en la cámara del autoclave, lugar predispuesto para que siempre exista un flujo de enfriamiento. La Figura 47 muestra la variación del flujo de calor en mampara y viga.





Adicionalmente, también se ha estudiado la variación del coeficiente de película de la viga (ver Figura 48).



Figura 48. Variación del coeficiente de película en la viga.

Como se puede observar, este valor aumenta progresivamente conforme avanza el enfriamiento alcanzando máximos de 8 W/m²K.

Por último, N_u posee una relación directa con el coeficiente de película tal como se aprecia en Figura 49.



Figura 49. Variación del número de Nusselt en la viga.

A la vista de los resultados, los valores máximos de N_u obtenidos se acercan a 350.

Adicionalmente, también, se dispone de valores de funcionamiento del ventilador. El punto de funcionamiento es de 1 m³/s en condiciones atmosféricas pero la densidad del aire varía en tanto a la variación de temperatura y presión producidas en el autoclave. Por ende, y considerando su comportamiento el de un gas ideal incompresible, obtenemos la siguiente curva de densidad Figura 50.



Figura 50. Variación de la densidad durante el enfriamiento.

Así pues, la densidad del aire durante el proceso oscila entre unos valores de 0,8 y 1,2 kg/m³. Esto repercute en la curva del ventilador, la cual no es lineal tal y como podría parecer intuitivamente. En Figura 51 se observa que el valor se mueve en torno al de 1 m³/s pero varía. Alcanza un pico de 1,2 m³/s al inicio del enfriamiento para luego ir descender cercano a ese valor de 1 m³/s y luego caer por debajo de ese valor al final del proceso.



Figura 51. Curva del ventilador durante la fase de enfriamiento.

La velocidad media de salida del ventilador es coherente con el caudal tal como muestra Figura 52 y se sitúa en torno a los 12 m/s.



Figura 52. Variación de la velocidad media del flujo en el ventilador durante el tiempo de enfriamiento.

Paralelamente se ha evaluado la evolución de las temperaturas en diferentes elementos del autoclave a lo largo del enfriamiento. En concreto, se han obtenido mapas de calor en diferentes instantes de la fase de enfriamiento: seis segundos, 10 minutos, 20, 30, 40, 50 y 57 minutos.

En primer lugar, se observa el alma de la viga en H vista en planta, por lo que las alas no son observables. La dirección del flujo de refrigeración sería de izquierda a derecha en las imágenes. La Figura 53 muestra a la izquierda cómo varía la distribución de temperaturas en la dirección XX (longitudinal) de la viga, mientras que en la derecha se hace hincapié en un instante intermedio del tiempo de enfriamiento.



Figura 53. Mapas de calor en el alma de la viga en H vista en planta. A la izquierda variación de la temperatura en el alma de la viga a lo largo del tiempo de enfriamiento. A la derecha, variación de la temperatura en un instante dado a lo largo de su geometría.

Así pues, se muestra cómo el enfriamiento es más homogéneo en ejes longitudinales que transversalmente en la pieza. Esto es debido a la anisotropía del material y a la influencia de las alas, las cuales emiten por conducción el calor almacenado en ellas hacia el alma de la viga.

Además, en Figura 54 se aprecia la evolución de la temperatura en toda la viga desde una vista oblicua. La secuencia enseña que las alas tardan más en ser enfriadas respecto al alma. Las alas tienen una menor superficie de contacto con el aire.



Figura 54. Vista isométrica de la viga. A la izquierda variación de la temperatura a lo largo de la viga durante diferentes instantes de tiempo de enfriamiento. A la derecha variación de las temperaturas en un instante determinado y a lo largo de la geometría.

Tanto en la Figura 53 como en la Figura 54, se analizó la diferencia máxima de temperatura entre dos puntos cualesquiera de la viga. Para ambos casos, en torno al minuto 49 de enfriamiento, se alcanza la mayor horquilla térmica de la pieza. Se acude entonces a analizar la foto fija del composite en ese instante. Para facilitar la visualización de las diferentes zonas de material compuesto se ha acotado la escala térmica: el valor superior pasará de los 443 K a los 355 K (valor máximo) mientras que el valor mínimo ascenderá a 329 K (valor mínimo) desde los 300 K utilizados anteriormente como límite inferior.

En Figura 55 se tiene la secuencia correspondiente a un corte transversal del autoclave, donde se pueden apreciar las temperaturas del aire, de la pieza y de las mamparas.





El enfriamiento es más acusado en las mamparas, las cuales tienen menor espesor y mayor superficie de contacto que la viga en H.

7. Conclusiones

Este trabajo se ha centrado exclusivamente en la fase de enfriamiento de composites dentro de autoclaves industriales, un aspecto clave para lograr propiedades óptimas en los materiales finales. A través de una modelización en CFD en el software Fluent, se ha desarrollado y validado un modelo capaz de predecir con precisión la dinámica térmica del aire y su interacción con los materiales durante el enfriamiento. La validación del modelo se realizó utilizando datos de un ciclo completo de autoclave sin carga, empleando las temperaturas medias del aire como referencia. Esta validación inicial sin carga permitió un análisis preciso de la conducta térmica del flujo de aire sin las variaciones adicionales que introduciría la carga, y ha sido un paso fundamental para asentar las bases del modelo.

El estudio incluyó la simulación del enfriamiento de una pieza representativa —una viga H— permitiendo explorar cómo afecta la interacción entre el aire y la geometría de la pieza durante el proceso de enfriamiento. Al validar con éxito el comportamiento de las temperaturas simuladas frente a los datos experimentales, el modelo CFD ha demostrado ser una herramienta fiable y robusta para entender las complejidades térmicas del proceso en situaciones industriales reales. Esto representa un gran avance, pues ahora se cuenta con un sistema representativo de los procesos de autoclave, lo cual permite llevar a cabo estudios futuros sin requerir un autoclave experimental para cada nuevo análisis.

Uno de los elementos de este proceso son las mamparas, que en su configuración original fueron diseñadas para dirigir el flujo de aire, sin tener como objetivo principal la homogeneización del enfriamiento. No obstante, nuestros resultados sugieren que estas estructuras pueden también jugar un papel relevante en la distribución uniforme de temperaturas a lo largo de la pieza, lo cual podría tener un impacto positivo en la calidad final del material. Aunque la función original de las mamparas no era homogeneizar el enfriamiento, la simulación mostró que la dirección del flujo facilitada por estas estructuras contribuye indirectamente a un entorno de enfriamiento más equilibrado. Esta observación es relevante, ya que apunta a una posible mejora en el diseño de las mamparas o en su disposición, con el fin de optimizar tanto la dirección del flujo como la homogeneidad térmica sin comprometer la eficiencia del proceso.

Sin embargo, este potencial beneficio en la homogeneización térmica puede requerir ajustes adicionales en el sistema de enfriamiento,

lo cual implicaría un aumento en el consumo energético. La necesidad de ajustar el flujo para mejorar la distribución de la temperatura exige un mayor control en la gestión térmica, lo que podría elevar los costos energéticos. Así, uno de los desafíos futuros será optimizar el diseño de las mamparas para maximizar su aporte al proceso de enfriamiento sin afectar significativamente la eficiencia energética, explorando un balance entre la calidad del producto final y la sostenibilidad del proceso.

Este estudio ha logrado establecer un sistema de modelización representativo y confiable para el enfriamiento de composites en autoclaves, habilitando una herramienta poderosa para el análisis de futuras aplicaciones sin depender de un autoclave experimental. La validación del modelo CFD bajo condiciones sin carga proporciona una base sólida para simular condiciones reales y examinar la influencia de variables como la geometría de la pieza y la configuración de las mamparas en la calidad del enfriamiento. Esto, junto con la capacidad de explorar nuevas configuraciones de mamparas y flujos de aire, abre la puerta a mejoras en el diseño de los procesos de autoclave, potenciando tanto la homogeneización de la temperatura como la eficiencia energética del sistema.

8. Trabajos futuros

A la vista de los resultados obtenidos y analizados en la presente Tesis, se plantean una serie de trabajos que podrían desarrollarse en el futuro. En concreto, se proponen los que se enumeran a continuación:

- Proponer mejoras en el diseño de intercambiadores de calor para autoclaves industriales, basadas en los resultados obtenidos del modelo numérico y del análisis experimental.
- Desarrollar y validar un modelo analítico de la fase de enfriamiento que permita optimizar el diseño y operación de autoclaves industriales.

En cuanto al primer punto, tras la validación y ajuste del modelo numérico se pueden proponer modificaciones en el diseño del autoclave que ahonden en una mejora del proceso de curación de materiales compuestos. En concreto, se valora la posibilidad de modificar la geometría de los deflectores y mamparas, ya que estos elementos parece que tienen incidencia directa en el comportamiento del flujo de calor en el autoclave. También podría sugerirse la modificación en las curvas de funcionamiento de los ventiladores proponiendo otros modelos y/o geometrías de álabe. Por último, también se valoraría la posibilidad de mejorar el proceso en el intercambiador de calor al ser un elemento clave en el mismo.

En cuanto al segundo punto, el desarrollo de un modelo analítico permitiría simplificar el análisis de la fase de enfriamiento de los autoclaves. Esta metodología consistiría en la implementación, con el software EES, de las ecuaciones analíticas que rigen los fenómenos de transmisión de calor y flujo de fluidos que intervienen en la fase de enfriamiento de un autoclave. Estas ecuaciones también tendrían en cuenta la geometría del autoclave y de la pieza a tratar, las propiedades de los materiales involucrados en el proceso (conductividades térmicas, densidades, calores específicos, emisividades, etc..) y se buscarían las ecuaciones empíricas adecuadas para los coeficientes de convección.

9. Publicaciones y experiencia investigadora

A lo largo del desarrollo de la presente Tesis doctoral, se ha trabajado en diferentes actividades relacionadas con la experiencia investigadora. En concreto, en relación con publicaciones:

- 2024 | Envío de 1 artículo en revista The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, indexada JCR con título "Effects of cooling dynamics in autoclave treatment on composite material properties" y con los autores García-Martínez A., Fernández-Jiménez, A., Gutiérrez-Trashorras, AJ., González-Caballín Sánchez, JM. (ver Anexo I. Artículo científico). Enviado y en revisión.
- 2023 | 1 artículo con presentación oral en el congreso internacional Efficiency, Cost, Optimization, Simulation and Environmental Impact of Energy Systems (ECOS) de la Universidad de Las Palmas de Gran Canaria (España) con título "Experimental model of a hydrogen fuel cell using graphene pads as heat spreaders" junto con los autores García-Martínez,A.; Fernández-Jiménez, A.; Álvarez-Álvarez, E.; Blanco-Marigorta, E.; Suárez-López, MJ. (ver Anexo II. Participación en congreso científico)

En relación con participación en proyectos de investigación:

- 2019 | Desarrollo de un modelo analítico de la fase de enfriamiento en autoclaves para tratamiento de composites. IUTA.
- 2022 | Diseño de disipadores de calor de nueva generación. FECYT y Universidad de Oviedo.
- 2023 actualidad | Construcción de túnel de viento y ensayos de arrastre de materias primas apiladas de la industria. Universidad de Oviedo.
- 2024 | Asesoría técnica para la cátedra "Cátedra de desarrollo de vectores energéticos sostenibles". Universidad de Oviedo.

En relación con cursos y seminarios de capacitación:

- 2019 | Curso "Uvalue and surface temperature for constructions made from thermal homogeneous and thermal inhomogeneous layers". Universidad de Oviedo.
- 2020 | Seminario "X Jornadas Internacionales de Doctorado de la Universidad de Oviedo". Universidad de Oviedo.

- 2021 | Curso "Advanced Fluid and thermal simulation strategies with ANSYS". Universidad de Oviedo.
- 2021 | Curso "Proyectos de rehabilitación energética de la envolvente en edificación residencial". Fundación Laboral de la Construcción.
- 2022 | Curso "Investigación responsable ¿qué es RRI?. Universidad de Oviedo.
- 2022 | Curso "Recursos de información para Ciencias, Ciencias de la Salud e Ingeniería y Arquitectura". Universidad de Oviedo.

10.Bibliografía

Esta investigación aborda un tema estrechamente vinculado a la industria, donde la información publicada es escasa y la investigación disponible en el ámbito académico es aún muy limitada. Dada la naturaleza industrial y confidencial de estos procesos, existen pocos estudios que detallen el enfriamiento de composites en autoclaves y su modelización mediante CFD, lo cual resalta la importancia y el aporte innovador de este trabajo.

Abliz, D., Duan, Y., Steuernagel, L., Xie, L., Li, D., & Ziegmann, G. (2013). Curing Methods for Advanced Polymer Composites - A Review. Https://Doi.Org/10.1177/096739111302100602, 21(6), 341– 348. https://doi.org/10.1177/096739111302100602

Adanta, D., Fattah, I. R., & Muhammad, N. M. (2020). Comparison of standard k-epsilon and sst k-omega turbulence model for breastshot waterwheel simulation. Journal of Mechanical Science and Engineering.

Agarwal, J., Sahoo, S., Mohanty, S., & Nayak, S. K. (2019). Progress of novel techniques for lightweight automobile applications through innovative eco-friendly composite materials: A review. Https://Doi.Org/10.1177/0892705718815530, 33(7), 978–1013. https://doi.org/10.1177/0892705718815530

ATTSUKLAUS S.L.U. (2024). Autoclaves industriales . https://www.attsuklaus.com/ $\,$

Baker, I. (2018). Kevlar and Other Aramid Fibers. Fifty Materials That Make the World, 101–104. https://doi.org/10.1007/978-3-319-78766-4_19

Bey Ruiz, D. (2006). Diseño Fabricacion Fibra De Carbono De Un Compensador De Giro De Una Aeronave.

Cabrera, F. M. (n.d.). Los materiales compuestos se han impuesto en la industria del automóvil por sus propiedades de resistencia y ligereza.

Chhanwal, N., Anishaparvin, A., Indrani, D., Raghavarao, K., & Anandharamakrishnan, C. (2010a). Computational fluid dynamics (CFD) modeling of an electrical heating oven for breadbaking process. Journal of Food Engineering, 100(3), 452–460.

Chhanwal, N., Anishaparvin, A., Indrani, D., Raghavarao, K.,

& Anandharamakrishnan, C. (2010b). Computational fluid

dynamics (CFD) modeling of an electrical heating oven for breadbaking process. Jorunal of Food Engineering, 100(3), 452–460.

Choudhury, D. (1993). Introduction to the renormalization group method and turbulence modeling. Fluent Incorporated.

Dolkun, D., Wang, H., Wang, H., & Ke, Y. (n.d.). An efficient thermal cure profile design method for autoclave curing of large size mold. https://doi.org/10.1007/s00170-021-07015-4/Published

Dumont, F., Fröhlingsdorf, W., & Weimer, C. (2013a). Virtual autoclave implementation for improved composite part quality and productivity. Progress in Orthodontics, 15(1), 277–289. https://doi.org/10.1007/s13272-013-0072-1

Dumont, F., Fröhlingsdorf, W., & Weimer, C. (2013b). Virtual autoclave implementation for improved composite part quality and productivity. Progress in Orthodontics, 15(1), 277–289. https://doi.org/10.1007/S13272-013-0072-1/METRICS

Filippov, A. S., Grigoryev, S. Y., & Tarasov, O. V. (2016). On the possible role of thermal radiation in containment thermalhydraulics experiments by the example of CFD analysis of TOSQAN T114 air–He test. Nuclear Engineering and Design, 310, 175–186.

Gao, S.-L., & Kim, J.-K. (n.d.-a). Cooling rate in uences in carbon ®bre/PEEK composites. Part II: interlaminar fracture toughness. www.elsevier.com/locate/compositesa

Gao, S.-L., & Kim, J.-K. (n.d.-b). Cooling rate in uences in carbon ®bre/PEEK composites. Part III: impact damage performance. www.elsevier.com/locate/compositesa

Gao, S.-L., & Kim, J.-K. (n.d.-c). Cooling rate influences in carbon fibre/PEEK composites. Part 1. Crystallinity and interface adhesion. www.elsevier.com/locate/compositesa

García-López, C., & Álvarez-Tey, G. (2023). Uncertainty Assessment in Temperature Uniformity Survey of Thermal Processing Equipment According to AMS2750 Aerospace Specification. Aerospace, 10(11), 915.

Goebel, F., & Mundt, C. (2011). Implementation of the P1 radiation model in the CFD solver NSMB and investigation of radiative heat transfer in the SSME main combustion chamber. 17th AIAA International Space Planes and Hypersonic Systems and Technologies Conference, 2257.

Gupta, D., Venkataraman, V., & Nimje, R. (2014). CFD & Thermal Analysis of Heat Sink and its Application in CPU. Journal of Engineering Science and Technology, 2–9.

Hodson, T. (2022). Root mean square error (RMSE) or mean absolute error (MAE): When to use them or not. Geoscientific Model Development Discussions, 1–10.

Holguín, G. A., Cano, M. F., Ruden, A., González, J. M., Jurado, P. A., & Sequeda, F. (2013). Estudio de las propiedades mecánicas, tribologícas y superficiales de recubrimientos duros basados en titanio. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 33(2), 244–253. http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522013000200010&lng=es&nrm=iso&tlng=es

Incropera, F., & DeWitt, D. (1996). Foundamentals of Heat and MassTransfer.

Jamil, I. E., & Al-Kayiem, H. H. (2015). Simulation analysis of the oil/water structure in the downhole with presence of hydrocyclone separator. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 100(1), 012025. https://doi.org/10.1088/1757-899X/100/1/012025

Katnam, K. B., da Silva, L. F. M., & Young, T. M. (2013). Bonded repair of composite aircraft structures: A review of scientific challenges and opportunities. In Progress in Aerospace Sciences (Vol. 61, pp. 26–42). https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2013.03.003

KEW. (2024). Termopar tipo K. Https://Termokew.Mx/Images/Termopares/Tipos-de-Termopares.Pdf.

Khan, L. A., Kausar, A., & Day, R. J. (2017). Aerospace composite cured by quickstep and autoclave processing techniques: Evaluation and comparison of reaction progress. Aerospace Science and Technology, 65, 100–105. https://doi.org/10.1016/j.ast.2017.02.014

Khan, S. U., Li, C. Y., Siddiqui, N. A., & Kim, J. K. (2011). Vibration damping characteristics of carbon fiber-reinforced composites containing multi-walled carbon nanotubes. Composites Science and Technology, 71(12), 1486–1494. https://doi.org/10.1016/J.COMPSCITECH.2011.03.022

Kishan, R., Singh, D., & Sharma, A. K. (2020). CFD Analysis of heat exchanger models design using ansys fluent. International Journal of Mechanical Engineering and Technology, 11(2).

Labom. (2024). Presostato Shubert CV3100-A1-061. Https://Www.Labom.Com/En/Product/Pressure-Transmitter-Cv3100. Maadi, S., Khatibi, M., Ebrahimnia-Bajestan, E., & Wood, D. (2019). Coupled thermal-optical numerical modeling of PV/T module–Combining CFD approach and two-band radiation DO model. Energy Conversion and Management, 198(111781).

Matsson, J. E. (2023). An introduction to ANSYS FLUENT 2023. SDC Publications.

Minus, M., & Kumar, S. (2005). The processing, properties, and structure of carbon fibers. JOM, 57, 52–58.

Nele, L., Caggiano, A., & Teti, R. (2016). Autoclave Cycle Optimization for High Performance Composite Parts Manufacturing. Procedia CIRP, 57, 241–246. https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.11.042

OLMAR Autoclaves. (2024). Autoclaves Composites. https://www.olmar.com/es/autoclaves/composites/?_gl=1*yus wjl*_up*MQ..&gclid=CjwKCAjwm_SzBhAsEiwAXE2Cvx6ZM ygmLeUAOq7eaZstwHvD1tYqQiEl0Wtp3G4SLv_3rckb4IVrIh oCEQoQAvD_BwE

Paimushin, V. N., Firsov, V. A., Gyunal, I., & Shishkin, V. M. (2015). Identification of the elasticity and damping characteristics of a fiberglass based on a study of dying flexural vibrations of test samples. Mechanics of Composite Materials, 51(3), 285–300. https://doi.org/10.1007/S11029-015-9500-0/METRICS

Panchal, S., Gudlanarva, K., Tran, M. K., Herdem, M. S., Panchal, K., Fraser, R., & Fowler, M. (2022). Numerical simulation of cooling plate using K-epsilon turbulence model to cool down large-sized graphite/LiFePO4 battery at high C-rates. World Electric Vehicle Journal, 13(8), 138.

RAE. (n.d.). Definición autoclave: https://dle.rae.es/autoclave?m=form.

Ramos-Masana, A. (2020). Estudio de la reactividad a alta temperatura de aleaciones ligeras sobre recubrimientos cerámicos. Tesis Doctoral. Universitat Ramon Llull, 1–238.

Rojas-Sola, J. I., García-Baena, C., & Jesús Hermoso-Orzáez, M. (2016). A review of the computational fluid dynamics simulation software: advantages, disadvantages and main applications. Journal of Magnetohydrodynamics and Plasma, 23(4), 417–4247.

Sasaki, J. I., & Imazato, S. (2020). Autoclave sterilization of dental handpieces: A literature review. Journal of Prosthodontic Research, 64(3), 239–242.

Silva, C., Marotta, E., Schuller, M., Peel, L., & O'Neill, M. (2007). In-plane thermal conductivity in thin carbon fiber

composites. Journal of Thermophysics and Heat Transfer, 21(3), 460–467. https://doi.org/10.2514/1.27859

Smits, A. J., McKeon, B. J., & Marusic, I. (2011). High– Reynolds number wall turbulence. Annual Review of Fluid Mechanics, 43(1), 353–375.

Song, W. L., Guan, X. T., Fan, L. Z., Zhao, Y. B., Cao, W. Q., Wang, C. Y., & Cao, M. S. (2016). Strong and thermostable polymeric graphene/silica textile for lightweight practical microwave absorption composites. Carbon, 100, 109–117. https://doi.org/10.1016/J.CARBON.2016.01.002

Soutis, C. (2020). Aerospace engineering requirements in building with composites. In Polymer composites in the aerospace industry. Woodhead Publishing, 3–22.

Stefanidis, G., Merci, B., Heynderickx, G., & Marin, G. (2007). Gray/nongray gas radiation modeling in steam cracker CFD calculations. AlChE Journal, 53(7), 1658–1669.

Suárez López, M. J. (2012). Análisis numérico de sistemas solares pasivos en la edificación. Universidad de Oviedo.

Taylor, A. (2000). RTM material developments for improved processability and performance. Sampe Journal, 36(4), 17–24.

Vaidya, U. K., & Chawla, K. K. (2008). Processing of fibre reinforced thermoplastic composites. International Materials Reviews, 53(4), 185–218. https://doi.org/10.1179/174328008X325223

Velayudham, A., & Krishnamurthy, R. (2007). Effect of point geometry and their influence on thrust and delamination in drilling of polymeric composites. Journal of Materials Processing Technology, 185(1–3), 204–209. https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2006.03.146

White, S. R., & Kim, Y. K. (1996). Staged curing of composite materials. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 27(3), 219–227. https://doi.org/10.1016/1359-835X(95)00023-U

Younossi - Military Airframe Costs The Effects of Advances Materials and Manufacturing Processes by Obaid Younossi. (n.d.).

Zhang, G., Zhang, B., Luo, L., Lin, T., & Xue, X. (2021). Influence of mold and heat transfer fluid materials on the temperature distribution of large framed molds in autoclave process. Materials, 14(15). https://doi.org/10.3390/ma14154311

11. Anexo I. Artículo científico

The International Journal of Advanced Manufacturing Technology EFFECTS OF COOLING DYNAMICS IN AUTOCLAVE TREATMENT ON COMPOSITE MATERIAL PROPERTIES --Manuscript Draft--

Manuscript Number:	
EILE EFFECTS OF COOLING DYNAMICS IN AUTOCLAVE TREATMENT ON COMPOSITE MATERIAL PROPERTIES	
Article Type:	Original Research
Keywords:	Autoclave cooling; composite materials; CFD simulation; experimental testing; thermal modeling
Corresponding Author:	Álvaro GARCÍA-MARTÍNEZ University of Oviedo: Universidad de Oviedo Gijón, SPAIN
Corresponding Author Secondary Information:	
Corresponding Author's Institution:	University of Oviedo: Universidad de Oviedo
Corresponding Author's Secondary Institution:	
First Author:	Álvaro GARCÍA-MARTÍNEZ
First Author Secondary Information:	
Order of Authors:	Álvaro GARCÍA-MARTÍNEZ
	Aitor FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ
	Manuel GONZALEZ-CABALLIN SANCHEZ
	Antonio José GUTIÉRREZ-TRASHORRAS
Order of Authors Secondary Information:	
Funding Information:	
Abstract:	This study investigates the cooling phase in autoclave processing for composite materials, focusing on its impact on thermal and mechanical properties. A three- dimensional numerical model was developed using Computational Fluid Oynamics (CFD) and validated against experimental data to replicate the thermal dynamics during cooling. The study demonstrates the importance of controlling cooling parameters to minimize residual stresses and structural defects, ultimately enhancing composite quality. These findings provide a basis for optimizing autoclave processes in industries requiring high-performance composites.
Suggested Reviewers:	Anthony Bowman, PhD Professor, Marquette University anthony:bowman@marquette.edu Expert in Thermal Engineering
	Asfaw Beyene, PhD Professor, University of San Diego abeyene@mail.sdsu.edu Expert in Thermal Systems and Energy Analysis.
	Mohammad Hasan Khoshgoftar Manesh, PhD Professor, Qom University of Technology m.khoshgoftar@qom.ac.ir Expert in Energy Systems

Powered by Editorial Manager® and ProduXion Manager® from Aries Systems Corporation

	Manus	cript	Click here to	ŧ
Click here to view linked References		view linked References		
		1	EFFECTS OF COOLING DYNAMICS IN AUTOCLAVE TREATMENT ON COMPOSITE	
	2	2	MATERIAL PROPERTIES	
	4 5	3	Álvaro GARCÍA-MARTÍNEZ ¹ , Aitor FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ ¹ , Juan Manuel GONZÁLEZ-CABALLÍN	
	6 7	4	SÁNCHEZ1, Antonio José GUTIÉRREZ-TRASHORRAS1	
	8 9	5	¹ Department of Energy, University of Oviedo, Spain, fernandezaitor@uniovi.es	
	10 11	6	ORCID: 0000-0001-5091-7683	
	12	7	Abstract	
	14 15 16	8	This study investigates the cooling phase in autoclave processing for composite materials,	
	17 18	9	focusing on its impact on thermal and mechanical properties. A three-dimensional numerical	
	19 20	10	model was developed using Computational Fluid Dynamics (CFD) and validated against	
	21 22	11	experimental data to replicate the thermal dynamics during cooling. The study demonstrates	
	23	12	the importance of controlling cooling parameters to minimize residual stresses and	
	26 27	13	structural defects, ultimately enhancing composite quality. These findings provide a basis	
	28 29	14	for optimizing autoclave processes in industries requiring high-performance composites.	
	30 31	15	Nomenclature	
	32 33	16		
	34 35	17		
	36	18		
	39 40	19		
	41 42	20	Keywords	
	43 44	21	Autoclave cooling; composite materials; CFD simulation; experimental testing; thermal	
	45 46	22	modeling.	
	47			
	49 50			
	51 52			
	53			
	54			
	56			
	57			
	59			
	60			
	61 62			
	63		ī	
	64		1	
	00			

23 1. Introduction.

1

 $\begin{array}{r} 423\\ 443\\ 45\\ 467\\ 501\\ 523\\ 556\\ 556\\ 59\\ 60\\ \end{array}$

62 63

64 65 39 40

24 1.1. Background of composite materials

4 25 In the contemporary industrial landscape, composite materials have emerged as 5 67 revolutionary solutions in the face of global challenges demanding innovative and 26 sustainable materials [1]. Particularly in industries such as aerospace and automotive, 27 G 10 11 composites played a critical role due to their ability to offer enhanced mechanical properties 28 13 29 while reducing overall weight. Over the past decades, composites and specifically those 14 15 16 17 polymer-based ones, have undergone significant revolution [2]. Initially used in secondary 30 structures like aircraft fairings, composites are now integral to primary structural elements, 19 19 20 21 31 32 providing superior strength and fatigue resistance compared to traditional materials like $\begin{array}{c} 2\,2\,3\\ 2\,4\\ 2\,5\\ 2\,6\\ 2\,9\\ 3\,0\\ 3\,1\\ 3\,2\\ 3\,3\\ 3\,5\\ 3\,6\\ 3\,7\\ 3\,8\\ 3\,9\\ 4\,0\\ 4\,1\end{array}$ aluminum. The rise in the demand for lighter but stronger materials has driven the 33 aerospace sector to adopt composite materials extensively, enabling significant fuel 34 35 savings. For instance, the introduction of carbon fiber composites in aircraft structures has 36 led to weight reductions of up to 40%, contributing to both environmental and operational benefits in terms of fuel consumption [3]. Figure 1 shows the main curing process of 37 composites that are made now by industry. 38



41 curing. Where Q is heat, P is pressure and R is radiation.

42 1.2. Importance of autoclave processing

	43	Autoclave processing is one of the most widely used methods for curing composite
1 2 3	44	materials in industry. This method provides the necessary control over temperature,
4	45	pressure, and vacuum conditions required for the optimal curing of composites [4]. It
6 7	46	ensures uniformity in material properties and structural integrity, essential for high-
8 9	47	performance applications [5]. However, autoclave processing involves various phases,
10 11	48	including heating, dwell and cooling. While the heating and dwell phases have been
13 14	49	extensively studied, the cooling phase remains underexplored despite its critical role in the
15 16	50	final properties of the composite material [6].
17 18	51	Besides the heating stage, the cooling phase in autoclave processing is crucial for
19 20 21	52	controlling residual stresses, avoiding defects like delamination and ensuring the
22	53	dimensional stability of the composite [7]. In this phase, the material transitions from its
24 25	54	cured state to its final form, with temperature gradients influencing the material's
26 27	55	crystallinity, fiber-matrix bonding and mechanical performance [8], [9]. However, literature
29	56	on cooling processes in autoclaves is limited compared to heating stage, largely due to
30 31 32	57	historical focus on curing kinetics and polymerization processes. Until now, research on the
33 34	58	cooling phase of autoclaves has primarily focused on understanding the thermal gradients
35 36	59	and their influence on residual stresses, with limited studies addressing the optimization of
37 38 39	60	cooling rates to minimize defects like the investigations made by [10]and [11].
40	61	Furthermore, the cooling process presents unique challenges, such as maintaining
42 43	62	uniform heat dissipation across large composite parts, preventing residual stresses and
44 45	63	optimizing the cooling rate to avoid structural imperfections. In this sense, computational
46 47	64	fluid dynamics (CFD) simulations, combined with experimental validation, have emerged as
48 49 50	65	powerful tools to model and optimize this phase [12].
51 52	66	In this paper it is presented a numerical model developed using CFD techniques to
53 54	67	simulate the cooling phase of autoclave processing for composite materials. The model has
55 56	68	been validated against experimental data obtained from an industrial autoclave, ensuring
58	69	its accuracy in predicting the thermal behavior of composites during cooling phase. The
60 61	70	focus of this study is on the cooling stage, which plays a critical role in determining the final
62 63 64 65		3

mechanical and thermal properties of the composite. By analyzing the temperature gradients and the influence of cooling rates, the study provides insights into how optimal cooling conditions can be achieved to minimize residual stresses and defects such as delamination and warping. The results from both the CFD simulations and the experimental validation wants to demonstrate the effectiveness of the model in replicating real-world autoclave cooling scenarios, offering valuable guidance for improving the quality of advanced composite materials. 2. Theoretical basis The cooling phase in autoclaves for composite materials involves heat transfer mainly through conduction and convection as radiation plays a secondary role [13]. However, it should not be ignored in accurate analysis as it has an influence on autoclave performance. Understanding these mechanisms is essential to accurately model the cooling process and optimize it for reducing residual stresses and improving the quality of composites. 2.1. Heat conduction Heat conduction occurs when thermal energy transfers through a solid material

without the material itself involving [14]. In the cooling phase of an autoclave, heat conduction happens from the center of the composite material to its surface, and then from the surface of the walls of the autoclave. So that, Fourier's law for steady-state heat conduction can be expressed as:

$$q_{cond} = -k \cdot A \cdot \frac{dT}{dx}$$
 Eq 1

Where q_{cond} is the heat transfer rate by conduction (W), k is the thermal conductivity of the material (W/mK), A is the cross-sectional area through which heat is conducted (m²) and dT/dx is the temperature gradient across the material (K/m). In this context, the efficiency of cooling depends on the composite material's ability to conduct heat and the geometry of the autoclave.

2.2. Heat convection

16

24

26

44

49 50

52

Heat convection involves the transfer of heat between a solid surface and a moving fluid, such as air [14]. The cooling rate is highly influenced by the convective heat transfer inside the autoclave, particularly when forced convection is employed through fans or blowers. To describe this mechanism, it is used the Newton's law of cooling (see Eq 2).

	$q_{conv} = h \cdot A \cdot (T_s - T_{\infty}) $ Eq 2
$\frac{1}{2}$ 10	Where q_{conv} is the heat transfer rate by convection (W), h is the convective heat
$\frac{3}{4}$ 10	transfer coefficient (W/m ² K), T_s is the temperature of the surface (K) and T_{co} is the
5 10	temperature of the surrounding fluid (K). So that, forced convection in autoclaves is
6 7 10	usually more efficient than natural convection, as the airflow is controlled, which
$^{8}_{9}$ 10	enhances the heat removal from the surface of the composite material. Factors such as
10 10	air velocity, fan speed and the heat exchanger's design are critical to optimizing this
12 10	B process.
$^{13}_{14}$ 10	9 2.3. Heat radiation
15 16 11	Radiative heat transfer, although less dominant in most autoclave cooling
17 11	processes, can become significant at high temperatures and large temperature
19 11	gradients [14]. Heat radiation is the transfer of thermal energy in the form of
20 21 11	electromagnetic waves and is governed by the Stefan-Boltzmann law:
22	$E_{rad} = \sigma \cdot \epsilon \cdot T^4$ Eq 3
24 25 11	4 Where E_{max} is the radiative heat flux (W/m ²), σ is the Stefan-Boltzmann constant
26 11	(5.67 10 ⁻⁸ W/m ² K ⁴). ϵ is the emissivity of the surface and T is the absolute temperature
27 28 11	of the surface (K). In an autoclave, both the surface of the composite material and the
29 30 11	walls of the autoclave can emit radiation, although this contribution is typically small
³¹ 11	compared to conduction and convection under most operating conditions.
32 33 11 34	2.4. Heat transfer in autoclaves
35 12	During the cooling phase in an autoclave, heat must be transferred from the
37 12	composite material to the external environment. This involves several steps, each
38 39 12	dominated by different heat transfer mechanisms. Figure 2 shows a diagram of the heat
$\frac{40}{41}$ 12	3 transfer on autoclaves.
42 43 44 45 46 47 48	Good Surface Good Good Good Good Good Good Good Goo
50 12	* 5 Figure 2. Heat transfer process in autoclaves: 1) heat transfer from core to surface (conduction), 2) from
51 52 12	5 surface to air (convection), 3) through autoclave's chamber (conduction), 4) heat extraction by fan
54 55 12	7 (convection) and 5) heat radiation from inner part of autoclave.
$\frac{56}{57}$ 12	First, conduction through the composite material happens, so heat transfers from
58 12	the core of the composite to its surface, being influenced by thermal properties and
60 13) thickness.
5 1 52	
63 64 65	5

132 surface, it is transferred to the air inside the autoclave through convection. Here, h, plays 133 a crucial role and it is affected by the airflow, the design of the heat exchanger and the 134 autoclave's ventilation configuration. 5 6 135 Third, conduction through the autoclave walls happened, so that after heat is 136 transferred to the air, it is conducted through the autoclave walls to external environment or cooling system. The thermal conductivity of autoclave walls and their thickness affect 10 137 138 the efficiency of this process. Then, it appears convection in the cooling system. 13 139 Specifically, if an external cooling system is used, such as water or refrigerants, heat is 13 139 14 15 140 16 141 17 141 18 142 19 143 20 143 21 144 22 144 further transferred from the air inside the autoclave to the coolant via an exchanger. The efficiency of this stage depends on the design of the heat exchanger and the flow rate of the coolant. Finally, the phenomenon of radiation appears, which, although less significant than convection and conduction, can contribute to heat loss especially under conditions 23 24 145 of high temperatures. 25 146 26 27 147 28 29 148 2.5. Governing equations for CFD modeling To model the cooling phase of an autoclave by using CFD techniques it is necessary to use the following governing equations: conservation of mass (Eq 4), 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 150 42 151 43 151 conservation of momentum (Eq 5) and conservation of energy (Eq 6).
$$\begin{split} \frac{\partial\rho}{\partial t} + \nabla\cdot(\rho v) &= 0\\ \frac{\partial(\rho v)}{\partial t} + \nabla\cdot(\rho v^2) &= -\nabla p + \mu \nabla^2 v + F \end{split}$$
Eq4 Eq 5 $\frac{\partial}{\partial t}(\rho E) + \nabla \cdot \left(v(\rho E + p) \right) = \nabla \cdot (k \nabla T) + \Phi$ Eq 6 Where ρ is the fluid density (g/m³), t is time (s), v is the fluid velocity vector (m/s), p is pressure (Pa), μ is dynamic viscosity (kg/ms), F is the body forces (N), E is the total energy per unit mass (J/g) and Φ is the viscous dissipation. It should be noted that these 45 46 47 153 equations are solved numerically within the CFD software, incorporating the boundary 154 conditions that represent the autoclave's walls, the composite materials and the cooling 4, 154 49 155 50 156 52 157 53 159 system. 54 158 55 56 159 3. Methodology 159 3.1. Experimental model 57 58 59 60 61 62 63 64 6

Second, convection at the material's surface occurs since once heat reaches the

131

0	163
0	
0	164
10	
11	165
12	100
13	
14	
15	
16	
17	
18	
19	
20	
21	
22	
23	
24	
25	
26	
27	
28	
29	166
30	100
31	167
32	107
20	160
25	100
20	1.00
30	169
38	
39	170
40	
41	171
42	
43	172
44	
45	173
46	
47	174
48	
49	175
50	115
51	170
52	170
53	
D4 EE	177
56	
57	178
58	
59	
60	
61	
62	
63	
64	
65	

The experiments were conducted using an industrial-scale autoclave designed specifically for composite material processing. The autoclave has a volume of 10275 liters and operates with a power of 100 kW. It supports a temperature range of 0°C to 250°C and a maximum working pressure of 16 bar. The autoclave is made from SA 516 grade 70 steel, which is known for its high strength, toughness and durability in high-pressure and high-temperature environments. The Figure 3 shows a photograph of the autoclave.



67 Figure 3. Photograph of the autoclave used for experimental tests. Heating is achieved using two electric heater batteries, each rated at 50 kW with air 68 circulation provided by a fan that generates an airflow of 1765 liters/min. This device 69 ensures uniform heat distribution inside the autoclave. For cooling, a heat exchanger is 70 used, where the refrigerant circulates to absorb heat from the air inside the autoclave. Also, 71 to measure temperatures and pressure, the system is equipped with K-type thermocouples 72 73 and pressure sensors, being all data collection controlled by and SCADA system. 74 The methodology of the experimental tests is divided into two well-differentiated 75 processes: heating and cooling phase. Figure 4 shows both flowcharts for the two processes, being ΔT and ΔP the maximum temperature and pressure differences allowed, 76

77 T_i and P_i are the initial temperatures and pressure, and T_{end} and P_{end} are the final 78 temperatures and pressure.



	191	In the cooling phase, the goal is to bring the material's temperature down from 170°C
1 2 3	192	to 40°C at a controlled rate of 3°C/min. This slow and steady cooling prevents the formation
3 4 5	193	of internal stresses that could lead to deformations or defects in the material. To ensure
6 7	194	uniform cooling, a maximum temperature difference of 50°C across the autoclave is
8 9	195	maintained. At the same time, the pressure gradually decreased from 4 barg to 0 barg
10	196	following a descent rate of 0.3 barg/min, ensuring that the chamber depressurizes smoothly
12	197	without affecting the material's properties. A maximum pressure variation of 3 barg is also
15 16	198	applied to maintain process stability throughout the cooling phase.
17 18	199	3.2. Numerical model
19 20	200	The numerical model serves as a powerful tool to simulate thermal and pressure
21	201	dynamics during the autoclave cooling phase for composite materials. It allows us to predict
24 25	202	the behavior of the system under various operational conditions without the need for costly
26 27	203	and time-consuming experimental tests. Specifically, the model provides detailed
28 29	204	information on temperature distribution, heat transfer rates, and pressure evolution within
30 31 32	205	the autoclave. By analyzing these parameters, we can gain insights into the effects of
33 34	206	different cooling strategies, identify potential thermal gradients or areas prone the residual
35 36	207	stress, and optimize the cooling process to improve the overall quality and performance of
37 38	208	composite materials.
39 40 41	209	The three-dimensional numerical model was approached through two different
41 42 43	210	conditions: autoclave without load (Case 1) and autoclave with load (Case 2). In the first
44 45	211	case, the autoclave curing chamber was completely empty, while in the second case, a
46 47	212	carbon fiber H-beam was introduced. This setup was chosen because Case 1 was used as
48	213	a validation method between the experimental and numerical results, ensuring that the
51 52	214	numerical model converges and shows no operational errors. After validation, Case 2 was
53 54	215	simulated under the same conditions as the experimental tests.
55 56	216	A sensitivity analysis of the three-dimensional model mesh was also performed to
57	217	select the optimal total number of cells in terms of results and computation time. Specifically,
59 60 61	218	various simulations were conducted with cell counts ranging from 15,000 to 3.7 million cells,
62 63		2
64 65		9






study, as long as it represents a small percentage relative to the magnitudes of the variables analyzed as it is shown in [16]. This demonstrates that the numerical model is validated and can be used for a detailed study of the autoclave's cooling phase behavior. 4.3. Numerical results 8 9 In the study of Case 2, various aspects were analyzed, such as the variation in cooling pressures and temperatures, the thermal differential along the H-beam to verify its optimal curing, the interaction between the panel and the composite through different 16 parameters, and the generation of heat maps to observe the evolution of heat flux in the H-18 beam. 20 21 Firstly, the variation in cooling pressure and temperature was obtained to verify that the trend follows a consistent pattern. Additionally, these results were compared with Case 25 26 27 1, showing small differences due to the presence of the H-beam inside the autoclave. Furthermore, the differential between the average maximum and minimum temperatures along the H-beam was analyzed to confirm that the composite was properly cured inside $\begin{array}{c} 30\\ 31\\ 32\\ 33\\ 34\\ 35\\ 36\\ 37\\ 38\\ 40\\ 41\\ 42\\ 43\\ 44\\ 45\\ 46\\ 47\end{array}$ the autoclave. Figure 9 shows the variation curves for pressure, temperature, and the previously mentioned differential. 20.00 140 120 00 00 00 00 25.00 20.00 15.00 . 49 50 51 52 53 Figure 9. (1) Variation of temperature and pressure vs flow-time and (2) temperature differential. On one hand, the data show that both the pressure and temperature variation curves 55 56 57 58 follow a physically consistent pattern, confirming that the model operates correctly. On the

other hand, the temperature differential curve indicates that the temperature along the H-





1	010	
2 3	319	treatment of composite materials. Through numerical simulation and experimental
4	320	validation, a detailed understanding of the heat transfer mechanisms involved has been
6 7	321	achieved. The developed numerical model has proven to be an effective tool for replicating
8 9	322	the thermal behavior observed in the experiments, with a Root Mean Square Error (RMSE)
10 11	323	of 1.825, validating its accuracy. The use of this model allows for the optimization of cooling
12 13 14	324	conditions, reducing residual stresses and minimizing structural defects in composite
15 16	325	materials.
17 18	326	The results indicate that the Heat Transfer Rate is higher in the panels than in the
19 20	327	H-beam due to the larger surface area of the panels, which facilitates more efficient heat
22	328	dissipation. Furthermore, the heat flux values are consistent with the trends observed in the
24 25	329	Heat Transfer Rate, indicating relatively greater cooling in the beam. This is likely due to its
26 27	330	position entirely within the autoclave chamber, where a continuous cooling flow is
28 29	331	maintained. Additionally, the film coefficient for the beam increases progressively
30 31 32	332	throughout the cooling phase, reaching a peak of 8 $W\!/\!m^2K\!.$ The Nusselt number shows a
33 34	333	close correlation with the film coefficient, with a maximum value of approximately 350.
35 36	334	These findings highlight the effectiveness of the beam's position and thermal characteristics
37 38	335	in enhancing the cooling efficiency during the autoclave process. Additionally, the heat
40 41	336	maps show that cooling is more homogeneous in the horizontal direction than in the
42	337	transverse direction, due to the inherent anisotropy of the material. Additionally, the flanges
44 45	338	of the H-beam influence the process, as they conduct stored heat towards the beam's web.
46 47	339	Finally, the results suggest that applying the numerical model enables a deep
48 49	340	understanding of heat transfer patterns during the cooling phase in autoclaves, providing
51 52	341	key insights to minimize internal stresses and defects in composite materials. These
53 54	342	findings provide a solid foundation for future research focused on improving cooling
55 56	343	methods, which could lead to better mechanical and structural properties in critical
57 58	344	components for industries such as aerospace and automotive.
59 60 61	345	
62		
63 64		16
65		

The conclusions of this study reflect the importance of the cooling phase in autoclave

318

1.31	346		
1 2 3	347		
4 5	348	6. A	cknowledgments
6 7	349		The authors would like to express their sincere gratitude to OLMAR for their
8 9	350	invalu	able support and collaboration throughout this research and to PhD program in
10	351	Energ	y and Process Control of the University of Oviedo for their academic support.
12 13 14	352	7. R	eferences
15 16	353	[1]	K. B. Katnam, L. F. M. Da Silva, and T. M. Young, "Bonded repair of composite aircraft
17 18	354		structures: A review of scientific challenges and opportunities," Aug. 2013. doi:
19	355		10.1016/j.paerosci.2013.03.003.
22	356	[2]	A. Taylor, "RTM material developments for improved processability and performance,"
24 25	357		Sampe Journal, vol. 36, no. 4, pp. 17-24, 2000.
26 27	358	[3]	C. Soutis, "Aerospace engineering requirements in building with composites. In Polymer
28 29	359		composites in the aerospace industry.," Woodhead Publishing, pp. 3-22, 2020.
30	360	[4]	J. Agarwal, S. Sahoo, S. Mohanty, and S. K. Nayak, "Progress of novel techniques for
33 34	361		lightweight automobile applications through innovative eco-friendly composite materials: A
35 36	362		review," https://doi.org/10.1177/0892705718815530, vol. 33, no. 7, pp. 978-1013, Feb.
37 38	363		2019, doi: 10.1177/0892705718815530.
39 40	364	[5]	A. Velayudham and R. Krishnamurthy, "Effect of point geometry and their influence on
42	365		thrust and delamination in drilling of polymeric composites," J Mater Process Technol, vol.
44 45	366		185, no. 1-3, pp. 204-209, Apr. 2007, doi: 10.1016/J.JMATPROTEC.2006.03.146.
46 47	367	[6]	D. Bey Ruiz, "Diseño Fabricacion Fibra De Carbono De Un Compensador De Giro De Una
48	368		Aeronave," 2006.
51	369	[7]	I. A. Tsekmes, R. Kochetov, P. H. F. Morshuis, and J. J. Smit, "Thermal conductivity of
53 54	370		polymeric composites: A review," in Proceedings of IEEE International Conference on
55 56	371		Solid Dielectrics, ICSD, 2013, pp. 678-681. doi: 10.1109/ICSD.2013.6619698.
57	372	[8]	F. M. Cabrera, "Los materiales compuestos se han impuesto en la industria del automóvil
59 60 61	373		por sus propiedades de resistencia y ligereza".
62 63			17
64 65			17

12	374	[9]	W. L. Song et al., "Strong and thermostable polymeric graphene/silica textile for
1 2 3	375		lightweight practical microwave absorption composites," Carbon NY, vol. 100, pp. 109-
4	376		117, Apr. 2016, doi: 10.1016/J.CARBON.2016.01.002.
6 7	377	[10]	J. Smith and W. Xu, "CFD Simulations for Cooling Optimization in Autoclave Processing
8 9	378		$of \ A crospace \ Composites, ``International \ Journal \ of \ Advanced \ Manufacturing \ Technology,$
11	379		vol. 102, no. 7, pp. 3279-3291, 2019.
13 14	380	[11]	M. Thomson and D. Baker, "Thermal Stress Analysis in Autoclave-Cured Composites: A
15 16	381		Focus on Cooling Rates," J Compos Mater, vol. 51, no. 12, pp. 1459–1473, 2017.
17	382	[12]	V. N. Paimushin, V. A. Firsov, I. Gyunal, and V. M. Shishkin, "Identification of the
20	383		elasticity and damping characteristics of a fiberglass based on a study of dying flexural
22	384		vibrations of test samples," Mechanics of Composite Materials, vol. 51, no. 3, pp. 285-300,
24 25	385		Jul. 2015, doi: 10.1007/S11029-015-9500-0/METRICS.
26	386	[13]	F. P. Incropera, DeWiltt DP, Bergman TL, and Lavine AS, Fundamentals of heat and mass
29	387		transfer, New York Wiley., vol. 6. 1996.
31 32	388	[14]	A. Preglej, R. Karba, I. Steiner, and I. Skrjanc, "Mathematical model of an autoclave,"
33 34	389		trojniški vestnik-Journal of Mechanical Engineering, vol. 57, no. 6, pp. 503–516, 2011.
35	390	[15]	T. Hodson, "Root mean square error (RMSE) or mean absolute error (MAE): When to use
38	391		them or not," Geoscientific Model Development Discussions, pp. 1–10, 2022.
40 41	392	[16]	F. Dumont, W. Fröhlingsdorf, and C. Weimer, "Virtual autoclave implementation for
42 43	393		improved composite part quality and productivity," Prog Orthod, vol. 15, no. 1, pp. 277-
44 45	394		289, Apr. 2013, doi: 10.1007/S13272-013-0072-1/METRICS.
46 47	395		
48			
50			
51			
53			
54			
55			
56			
57			
58			
59			
61			
62			
63			18
64			10
65			

12. Anexo II. Participación en congreso científico

PROCEEDINGS OF ECOS 2023 - THE 36TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON EFFICIENCY, COST, OPTIMIZATION, SIMULATION AND ENVIRONMENTAL IMPACT OF ENERGY SYSTEMS 25-30 JUNE, 2023, LAS PALMAS DE GRAN CANARIA, SPAIN

Experimental model of a hydrogen fuel cell using graphene pads as heat spreaders

Álvaro García-Martínezª, Aitor Fernández-Jiménez^b, Eduardo Álvarez-Álvarez^c, Eduardo Blanco-Marigorta^d and María José Suárez-López^e

^a Departamento de Energía, Universidad de Oviedo, C/Wifredo Ricart s/n, Gijón, Asturias (España), 33203, garciaalvaro@uniovi.es ^b fernandezaitor@uniovi.es, ^c edualvarez@uniovi.es d eblanco@uniovi.es ^e suarezImaria@uniovi.es

Abstract:

The implementation of new low-carbon technologies for electricity generation and storage will involve the use of new resources such as hydrogen. In this sense, the use of hydrogen fuel cells will make it possible to store and transport energy for subsequent use by industry or other consumption. However, these devices generate large amounts of heat, which reduces their electrical efficiency. For this reason, recent studies have focused on the use of carbon allotropes, such as graphene, as heat sinks. This work presents a reduced model of a hydrogen fuel cell with graphene sheets, which has been subjected to several experimental tests, varying its heating and cooling conditions. Thus, the main objective of the experiment was to find out how the graphene sheets behave under different heat gradients and to assess their suitability as a heat sink. Specifically, temperature values, gradients and heat maps have been obtained in the different cells that make up the experimental prototype. In this way, the high performance of graphene as a heat sink in hydrogen fuel cells has been confirmed.

Keywords:

Heat dissipation; graphene; hydrogen fuel cells; experimental test rig.

1. Introduction

Hydrogen, the most abundant chemical element in nature, is a low-carbon resource whose only emission when burned is water vapour. This inert gas has been used in industry since the beginning of the 20th century and today, thanks to the stabilisation of its volatility, it has begun to be used in the automotive and aerospace industries [1]. The main advantage of this fuel is that it does not emit polluting gases to atmosphere. It is this last characteristic that has recently attracted increasing interest. In fact, the World Hydrogen Council (WHC) estimates that by 2030 the energy generated by the use of this green fuel will reach 3000 TWh/year [2]. Hydrogen energy is stored using electrochemical devices called fuel cells, where chemical energy is converted

directly into electricity. The fuel (hydrogen) and comburent (oxygen) undergo a chemical exchange to produce water and electricity in the form of direct current and heat [3]. There are several types of hydrogen fuel cells, depending on the type of electrolyte used, which determines the type of chemical reactions that take place in the cell (see Table 1).

Fuel cell	Proton Exchange	Phosphoric Acid	Molten Carbonate	Solid Oxide Fuel
	Membrane Fuel Cell (PEMFC)	Fuel Cell (PAFC)	Fuel Cell (MCFC)	Cell (SOFC)
Electrolyte	Solid polymer	Phosphoric acid	Molten carbonates	Solid polymer
Operating temperature (°C)	60 - 80	200 - 250	600 - 700	50 - 120
Power range (kW)	5-250	5 – 150	100 - 2000	5
Advantages	Low temperature	Accept impure H ₂	Cogeneration	No fuel reforming required
Applications	Transport	Electricity generation	Electricity generation	Electricity generation
Efficiency	34%	38%	48%	47%

These devices have among their characteristics the need to operate in an optimum temperature range to achieve high performance and minimise their degradation [4]. Specifically, the most common ways of removing excess heat inside hydrogen cells are free convection, condensers, heat sinks and cooling plates [5]. Heat dissipation by convection is therefore the simplest system, since all that is done is to add fins to the cell interfaces and leave them in contact with air, so it is only feasible at low temperatures [6]. Dissipation by condensers or cooling plates involves much more complex designs and the incorporation of devices that force the movement of a fluid (water or air) to force this dissipation, so they are used in batteries with high temperature ranges [7]. Finally, the use of heatsinks is based on the concept of thermal conductivity to transport heat to a cold source (passive or active). This implies the use of different materials that have adequate thermal conductivity behaviour (K in W/mK) [8].

In the specific case of heatsinks, the material from which they are made is particularly important, as it will transfer heat more or less efficiently depending on its thermal conductivity. In addition, other properties such as anisotropy, size, aspect ratio or the orientation of its atomic structure are key to ensuring proper heat exchange [9]. Up to now, the main materials used to dissipate heat in hydrogen fuel cells have been steel, aluminium and copper, the latter being the most suitable but also the most expensive [10]. However, the use of new polymers and carbon-derived materials (allotropes) is taking over much of the research into heat dissipation in hydrogen fuel cells.

The most important compound of carbon allotropes is graphene, since it is the basic element from which other materials such as graphite, fullerenes or carbon nanotubes (CNTS) are obtained. On the one hand, the main properties of these compounds are a well-defined atomic structure [11], high thermal conductivity (« 2000 W/mK), low coefficient of thermal expansion, strong mechanical and chemical resistance and anisotropy [12]. On the other hand, they have the disadvantage of being technically difficult to produce, and their high price undermines their competitiveness compared to other common materials. In fact, these materials have only been studied using advanced numerical models and, after sintering in the laboratory, they have been thermally characterised [13].

For example, in the research by Bahru et al..., a study is carried out using different techniques to characterise graphene, determining some thermal parameters according to the manufacturing method used (thickness, K or thermal resistance) for its subsequent use as a heat dissipating material in fuel cells [14]. In addition, the paper by Sun et al. carried out a numerical simulation of the heat transfer phenomena that occur in high-power LED light emitters, complementing the study with experimental tests based on thermography [11]. Finally, the article by Suzsko et al. presents a numerical analysis of the anisotropy of graphene for its use as a dissipator in high-efficiency microprocessors and its comparison with other materials [15].

In this sense, the present paper carries out an experimental study on the use of graphene sheets for heat dissipation inside a hydrogen fuel cell. For this purpose, a reduced scale model of a hydrogen fuel cell has been designed and fabricated, which has been subjected to a series of experimental tests simulating the heat exchange processes that occur during the operation of the cell. In each of the tests, temperature, gradient and heat map values were obtained to study the behaviour of graphene as a heat spreader.

2. Materials and methods

2.1. Experimental model

To study the thermal conductivity of graphene as a heat spreader, a reduced model of a hydrogen cell was designed, manufactured and studied in different experimental tests. In addition, to know its behaviour under different operating conditions, three different cases were simulated: Case 1, 2 and 3 (see Figure 1). In cases 1 and 2, passive cooling is used since the fins (case 1) and the graphene solid (case 2) are in exclusive contact with air. In case 3, however, both the fins and the graphene solid are in direct contact with a liquid cooling unit (active cooling).



Figure 1. Geometry of the different cases implemented.

In all three cases, the functional scheme of the experimental model was the same. Specifically, the battery is made up of 5 identical cells placed one after the other. Each cell contains a heating pad with a maximum power of 5 W and a size of 100x50 mm, powered by a DC power supply. This makes it possible to control the operating temperature range of the system. This pad is flanked on both sides by a thermal interface with a conductivity of 3 W/mK to ensure heat transfer between cells. In turn, between two successive cells, a 0.5 mm thick graphene sheet measuring 120x50 mm has been placed to channel the heat flow towards some external fins where the cooling (passive or active) will take place. Finally, the whole system is supported by a 20 mm thick wooden case and a clamping system that ensures suitable contact between all the layers. Figure 2 shows a photograph of the implemented scale model and the location of the temperature sensors in each layer.



Figure 2. Photograph of the reduced experimental model and location of temperature sensors on each sheet of the fuel cell.

The parameter used for the study was temperature, using resistance thermometers according to the required accuracy of measurement. These sensors were only placed in the central cell of the reduced model because it was considered that this is the section where the greatest amount of heat is generated and therefore the study will be more interesting. Thus, as shown in Figure 3, fifteen temperature sensors were placed in an array on the back $(T_{ij} \dots T_{(1+4)+2})$ and five temperature sensors on the front $(T_{a} \dots T_{b})$ of the heating pad. In this way, the first ones make it possible to obtain a map of the heat distribution over the entire surface where the heat is generated, while the second ones were placed along the centre line to obtain the temperature gradient in the heating pad. In addition, five temperature sensors were placed along the axis of the graphene sheet $(T_{\alpha} \dots T_{c})$ and one additional temperature sensors in the lamellar area (T_{flap}) . In this way it was possible to obtain the temperature action allotrope. Finally, it should be noted that several temperature sensors resistors were also used to obtain the temperature in other parts of the model: the contact zone between the graphene and the cooling unit (T_{con}) , and two to obtain the ambient temperature on the surface of the case (T_m) and in the room (T_{amb}) .

The temperature data are recorded using a data acquisition unit (model DAQ970A) for subsequent analysis. In addition, the cooling unit used (model iCUE H150i ProXT) can be controlled by computer, allowing the heat dissipation of the experimental model to be varied. All the tests were carried out in the maximum heat extraction mode. The experimental test rig used is shown in the following photograph (see Figure 3).



Figure 3. Experimental test rig designed and used for experimental tests.

To minimise the influence of external effects on the experiment, a constant temperature of 23°C was maintained in the room through the use of an air-conditioning unit. In addition, the prototype has been protected from solar radiation due to the use of opaque curtains that prevent the penetration of the sun's rays into the interior of the room. Finally, it should be noted that the effect of artificial convection was not considered relevant during the tests, since the air-conditioning unit kept the temperature values constant.

3. Results and analysis

For each of the cases implemented, tests were carried out focusing on the behaviour of the graphene sheet, while at the same time confirming the correct functioning of the heating pad. In this way, it was possible to obtain the temperature variation over time, the temperature gradient along the central part of the graphene sheet and the thermal maps in both materials.

The test consisted of switching on each of the heating pads with a power of 1 W, producing a heating phase of the stack for 40 minutes. This simulates the heat that would be generated inside the battery during operation. After this time, the power supply is switched off and the cooling phase begins. In cases 1 and 2 the cooling was passive (natural convection), while in case 3 the cooling unit remained on throughout the test (heating-cooling phases). The tests were repeated twice, obtaining consistent and reproducible results.

In case 1, the curves of the temperature variation with time during the whole duration of the test and the variation of the temperature gradient along the length of the sheet at the moment t = 40 min were obtained (see Figure 4).



Figure 4. a) Temperature variation throughout the test and b) temperature gradient along the central section of the pad and graphene at t=40 min. Case 1.

For case 2, the same curves have also been obtained (see Figure 5).



Figure 5. a) Temperature variation along the whole test and b) temperature gradient along the central part of the pad and graphene at t=40 min. Case 2.



Finally, Figure 6 shows the same graphs as above but for case 3.

Figure 6. a) Temperature variation during the test and b) temperature gradient along the middle part of the pad and graphene at t=40 min. Case 3.

Note that in all cases both the back and the inside of the pad reach a higher temperature than the graphene sheet, which corresponds to reality as it is the heat source. Furthermore, looking at the temperature gradients, the pad still reaches a higher temperature than the graphene. It should be noted that the line representing the graphene sheet reaches up to 120 mm, since this position corresponds to the fins or the contact with the cooling unit, depending on the case considered. These results confirm that the equipment worked correctly in the three experimental cases considered. In addition, Figure 7 shows the heat maps obtained in the back of the heating pad in cases 1, 2 and 3.



Figure 7. Heat maps for all three cases on the backside of the heating pad.

It can be seen that, in all cases, the temperature differences are less than 275,15 %, so it can be considered that the entire surface of the heating pad has a homogeneous behavior, confirming its correct functioning. Focusing on the graphene sheet, Figure 8 shows a comparison of the three experimentally studied cases.



Figure 8. Comparison between the three cases considered: a) temperature variation in the graphene during the test and b) temperature gradient along the graphene sheet at t=40 min.

On the one hand, looking at Figure 8a, we can see that in the passive cooling cases, the graphene gradually increases its temperature until, at t=40 min, it abruptly starts its cooling phase. However, in case 3, since the cooling unit is on throughout the test, we can see how the graphene maintains a constant temperature during the heating phase, thanks to its thermal homogeneity properties. Then, from t=40 min, its temperature drops abruptly as the cooling unit actively removes the heat.

On the other hand, in Figure 8b, the temperature gradients in the central part of the graphene sheet show a negative slope to the left, i.e. the heat extraction is at the 120 mm position. Moreover, this slope is weak due to the latent isotropy in the graphene, which acts as a suitable heat sink.

4. Conclusions

The development of new low-carbon technologies for electricity generation and the construction of devices that allow more effective energy storage will be key to addressing future energy scenarios. In this sense, hydrogen-based technology will play a fundamental role through the development and implementation of batteries that allow safe and effective energy storage. However, these devices generate large amounts of heat, which significantly reduces their efficiency. To improve the efficiency of these devices, carbon allottopes such as graphene have recently been used. One of the many properties of these materials is their high thermal conductivity, which makes them ideal for use as heat sinks. Recent research has been based on the in-depth characterisation of this new material from a technical point of view, achieving in some cases conductivity values close to 6000 W/mK.

This publication shows an investigation through the construction of a reduced hydrogen cell model to study how graphene works as a heat sink in these devices. Specifically, three different cases were carried out in which the cooling conditions (passive and active) were varied. In this way, the aim is to verify that graphene can be used as a thermal conductor, allowing optimal heat extraction inside hydrogen cells. To this end, the temperature variation at different points of a graphene sheet under heating and cooling conditions was studied. In addition, the temperature gradients and their variation with the position in the material sheet itself have been calculated by studying the thermal slopes. In both cases, it has been confirmed that the heat dissipation takes place towards the location of the fins and the cooling unit, thus presenting a suitable thermal homogeneity.

In particular, graphene performs very well as a heat spreader, with temperature differences of less than 2°C achieved along the entire length of the sheet. Moreover, when the same graphene surfaces are used to dissipate heat to the outside (cases 1 and 2), the temperature does not increase by more than 15°C with respect to the ambient temperature. Finally, if a sufficiently powerful active cooling unit is used, the temperatures inside the cell are only 3°C higher than the ambient temperature.

From the results obtained, it was found that the high thermal conductivity of the graphene allows efficient heat extraction to the cooling points. In addition, the graphene sheet has a very homogeneous behaviour, so that its entire surface reaches practically the same temperature, which translates into efficient heat transport.

Future work will validate a numerical model based on CFD, which will allow the simulation of passive and active cooling conditions, so that it will be possible to vary the heat extraction scenarios. It will also be possible to test other materials used as heat sinks, such as aluminium or copper. It is also planned to repeat the experimental tests but with different materials and compare the results with those presented in this article.

Acknowledgments

This work was carried out in the framework of Next Generation Heat Sink Design Project (Reference AYUD/2021/57485), funded by Principality of Asturias through FICYT and co-funded by ERDF. Also, the authors would like to thank the company The Next Pangea for their participation and collaboration.

References

- S. P. Yu et al., "Integration of low-pressure hydrogen storage cylinder and automatic controller for carbon deposit removal in car engine," Int J Hydrogen Energy, vol. 41, no. 46, pp. 21795–21801, Dec. 2016, doi: 10.1016/J.IJHYDENE.2016.07.191.
- [2] IEA, "The Future of Hydrogen Analysis IEA," 2021. https://www.iea.org/reports/the-future-ofhydrogen (accessed Mar. 09, 2021).
- [3] S. Mekhilef, R. Saidur, and A. Safari, "Comparative study of different fuel cell technologies," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 16, no. 1, pp. 981–989, Jan. 2012, doi: 10.1016/J.RSER.2011.09.020.
- [4] R. A. Felseghi, E. Carcadea, M. S. Raboaca, C. N. Trufin, and C. Filote, "Hydrogen Fuel Cell Technology for the Sustainable Future of Stationary Applications," *Energies 2019, Vol. 12, Page 4593*, vol. 12, no. 23, p. 4593, Dec. 2019, doi: 10.3390/EN12234593.
- [5] "Fuel Cell Heat Management." https://www.fuelcelistore.com/blog-section/fuel-cell-heat-transfermanagement (accessed Feb. 23, 2023).
- [6] M. D. Mat and K. Aldas, "Application of a two-phase flow model for natural convection in an electrochemical cell," *Int J Hydrogen Energy*, vol. 30, no. 4, pp. 411–420, Mar. 2005, doi: 10.1016/J.JHYDENE.2004.04.002.
- [7] J. Choi, Y.-H. Kim, Y. Lee, K.-J. Lee, and Y. Kim, "Mechanical Science and Technology Numerical analysis on the performance of cooling plates in a PEFC," *Journal of Mechanical Science and Technology*, vol. 22, pp. 1417–1425, 2008, doi: 10.1007/S12206-008-0409-6.
- [8] D. Hu, J. Liu, F. Yi, Q. Yang, and J. Zhou, "Enhancing heat dissipation to improve efficiency of twostage electric air compressor for fuel cell vehicle," *Energy Convers Manag*, vol. 251, p. 115007, Jan. 2022, doi: 10.1016/J.JENCOMMAN.2021.115007.
- [9] L. Fan, Z. Tu, and S. H. Chan, "Recent development of hydrogen and fuel cell technologies: A review," Energy Reports, vol. 7, pp. 8421–8446, Nov. 2021, doi: 10.1016/J.EGYR.2021.08.003.
- [10] L. Vasiliev and L. Vassiliev Jr, "Heat Pipes in Fuel Cell Technology," Proceedings of the NATO Advanced Study Institute on Mini-Micro Fuel Cells-Fundamental and applications, 2007. https://www.researchgate.net/publication/271074215_Heat_Pipes_in_Fuel_Cell_Technology (accessed Feb. 23, 2023).
- [11] Q. Sun, J. Liu, Y. Peng, A. Wang, Z. Wu, and M. Chen, "Effective heat dissipation of high-power LEDs through creation of three-dimensional ceramic substrate with kaolin/graphene suspension," J Alloys Compd., vol. 817, p. 152779, Mar. 2020, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2019.152779.
- [12] A. A. Balandin, "Thermal Properties of Graphene, Carbon Nanotubes and Nanostructured Carbon Materials," California, US: National Library of Medicine, 2011.
- [13] Y. Zhang et al., "Recent advanced thermal interfacial materials: A review of conducting mechanisms and parameters of carbon materials," *Carbon N Y*, vol. 142, pp. 445–460, Feb. 2019, doi: 10.1016/J.CARBON.2018.10.077.
- [14] R. Bahru et al., "Allotrope carbon materials in thermal interface materials and fuel cell applications: A review," Int J Energy Res, vol. 44, no. 4, pp. 2471–2498, Mar. 2020, doi: 10.1002/ER.5077.
- [15] A. Suszko and M. S. El-Genk, "Thermally anisotropic composite heat spreaders for enhanced thermal management of high-performance microprocessors," *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 100, pp. 213–228, Feb. 2016, doi: 10.1016/J.IJTHERMALSCI.2015.09.018.