

VNIVERSIDAD D SALAMANCA

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR DE ZAMORA

DEPARTAMENTO DE CONSTRUCCIÓN Y AGRONOMÍA

ÁREA DE CIENCIA DE LOS MATERIALES E INGENIERÍA METALÚRGICA

INGENIERÍA DE MATERIALES



PROYECTO FIN DE CARRERA

ESTUDIO DE LA SINTERABILIDAD Y COMPORTAMIENTO ACÚSTICO DE MATERIALES FABRICADOS A PARTIR DE RESIDUOS INDUSTRIALES CON ADICIÓN DE ESCORIA DE SOLDADURA

AUTOR: MIGUEL BENITO ALFONSO

DIRECTORA: NATIVIDAD ANTÓN IGLESIAS

FECHA DE ADJUDICACIÓN: OCTUBRE 2013

FECHA DE PRESENTACIÓN: FEBRERO 2014

AGRADECIMIENTOS

Antes de comenzar me gustaría agradecer a todas las personas que me han apoyado en la realización de este proyecto fin de carrera, empezando por mi tutora Natividad por aceptarme en su laboratorio y ser la que más consejos me ha aportado para obtener el mejor resultado posible.

A todos los profesores de esta titulación por su entrega en mi aprendizaje y compartir su sabiduría.

También dar las gracias a Ascensión Murciego por la realización de la Difracción de Rayos X y facilitárnosla.

A cada uno de mis compañeros de laboratorio con los que he coincidido, por hacer más amenos todos esos días y prestarme su ayuda.

A mis padres y hermana que han estado siempre a mi lado permitiéndome llegar tan lejos, confiando en mí y dándome ánimos en los momentos más difíciles.

Y por último, agradecer a la persona que más me ha ayudado siempre, porque gran parte de este proyecto te lo debo a ti, ya que solo no hubiese sido capaz de conseguirlo; y además de haberme prestado tu ayuda con este proyecto, en todo momento estás ahí.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

I. INTRODUCCIÓN.....	5
1. RESUMEN	6
2. OBJETIVOS	7
3. RECICLAJE DE LOS RESIDUOS INDUSTRIALES.....	8
3.1. RESIDUOS INDUSTRIALES.....	8
3.2. RECICLADO Y VALORIZACIÓN	9
3.3. RECICLADO DE ALUMINIO	10
3.4. ESCORIAS SALINAS GENERADAS EN EL ALUMINIO SECUNDARIO	11
3.5. RECICLADO DE ESCORIA DE SOLDADURA.....	16
4. PROCESADO DE MATERIALES CERÁMICOS	19
4.1. INTRODUCCIÓN	19
4.2. TÉCNICAS DE PROCESADO DE MATERIALES CERÁMICOS.....	20
4.2.1. PREPARACIÓN DEL MATERIAL.....	20
4.2.2. MEZCLA DEL POLVO	22
4.2.3. TÉCNICAS DE CONFORMADO DEL MATERIAL.	22
4.2.4. SINTERIZACIÓN.....	28
5. COMPORTAMIENTO ACÚSTICO	32
6. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO.....	35
II. PROCESO EXPERIMENTAL	40
7. PROCESO EXPERIMENTAL	41
7.1. MATERIAS PRIMAS.	41
7.2. ADECUACIÓN DEL MATERIAL	44
7.3. FABRICACIÓN DE LAS PIEZAS.....	45
7.4. SINTERIZACIÓN	52
7.5. ENSAYO ACÚSTICO.....	54
7.6. ENSAYO DE DESGASTE.....	56
7.7. ENSAYO DE DUREZA	60
7.8. MICROSCOPÍA ÓPTICA	62
7.9. DETERMINACIÓN DE LA FIABILIDAD MEDIANTE LA DISTRIBUCIÓN DE WEIBULL: MÓDULO DE WEIBULL.	62
7.10. FABRICACIÓN DE UNA PLACA CERÁMICA SUSCEPTIBLE DE SER EMPLEADA COMO REFRACTARIO	64



III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	68
8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	69
8.1. ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL	69
8.2. ESTUDIO DE SINTERABILIDAD	70
8.3. FABRICACIÓN DE UNA PLACA CERÁMICA SUSCEPTIBLE DE SER EMPLEADA COMO REFRACTARIO	77
8.4. COMPORTAMIENTO ACÚSTICO	79
8.5. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO	93
8.5.1. CONDICIONES DE LOS ENSAYOS	94
8.5.2. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS	94
8.5.3. COMPARACIÓN DE LOS COEFICIENTES DE FRICCIÓN	104
8.5.4. COMPARACIÓN DE LOS COEFICIENTES DE DESGASTE	105
8.6. DUREZA	106
8.7. DETERMINACIÓN DE FIABILIDAD RESPECTO A LA DUREZA	107
IV. CONCLUSIONES	112
9. CONCLUSIONES	113
V. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	115
10. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	116
VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	117
11. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	118
ANEXOS	126
I. DENSIDADES EN VERDE	127
II. DENSIDADES DE SINTERIZADO	132
III. DUREZAS	137
IV. CONDICIONES ENSAYO TRIBOLÓGICO	138
V. COEFICIENTES DE ABSORCIÓN	138



I. INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN.....	5
1. RESUMEN	6
2. OBJETIVOS	7
3. RECICLAJE DE LOS RESIDUOS INDUSTRIALES.....	8
4. PROCESADO DE MATERIALES CERÁMICOS	19
5. COMPORTAMIENTO ACÚSTICO	32
6. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO.....	35



1. RESUMEN

En las últimas décadas, las acciones del hombre han afectado negativamente al medio ambiente. La industria genera gran cantidad de residuos que provocan un importante problema de almacenamiento, aunque muchos de estos residuos se pueden reutilizar. Su impacto negativo se ve agravado por la dificultad de su degradación en la naturaleza, siendo nocivo tanto para el medio ambiente como para los seres humanos.

La principal medida que se debe considerar, es la de generar menos residuos. Sin embargo, en ocasiones es inevitable, y se hace imprescindible su aprovechamiento en otros procesos de fabricación.

En base a esto, el presente proyecto propone el estudio de la sinterabilidad de materiales que provienen de residuos de procesos industriales como el procedente de la segunda fusión del aluminio y escoria de soldadura, obteniendo las propiedades más óptimas mediante la utilización de distintas composiciones de cada constituyente (8%, 10%, 12%, 15%, 20%, 30%, 40% y 50% en peso de escoria de soldadura y el restante de escoria procedente del aluminio). Para dicho fin, las probetas se sometieron a ensayos acústicos, de desgaste y de dureza. Además, una vez conocidas las propiedades de cada material fabricado, se elaboró una placa refractaria para su utilización como solera en el horno de sinterizado.

2. OBJETIVOS

El objetivo fundamental de este proyecto es evaluar la viabilidad de emplear residuos de la segunda fusión del aluminio y escoria de soldadura o flux para realizar mezclas susceptibles de aplicación industrial, aportando de este modo otra vía para la reducción de residuos industriales. Para lo cual se proponen como objetivos a cumplir:

- Realizar un estudio de la sinterabilidad de las probetas compuestas por residuos industriales provenientes de la segunda fusión del aluminio, con una adición de escoria de soldadura en las proporciones de 8%, 10%, 12%, 15%, 20%, 30%, 40% y 50%.
- A partir de los resultados obtenidos de la sinterabilidad, fabricar una placa refractaria del material más adecuado para ser utilizado como solera en el horno de sinterizado.
- Estudiar el comportamiento acústico de las probetas, mediante el estudio del coeficiente de absorción lineal.
- Determinar la dureza de las probetas.
- Evaluar la fiabilidad mediante el cálculo del módulo de Weibull a partir de los datos de dureza y del coeficiente de absorción lineal.
- Conocer el comportamiento tribológico, con la ayuda de un estudio de las pistas de desgaste.

3. RECICLAJE DE LOS RESIDUOS INDUSTRIALES

3.1. RESIDUOS INDUSTRIALES

A modo de introducción, se define como residuo a cualquier sustancia u objeto que su poseedor deseché o tenga la intención o la obligación de desechar, por lo que se considera productor de residuos a cualquier persona física o jurídica cuya actividad produzca residuos o que efectúe operaciones de tratamiento previo, de mezcla o de otro tipo, que ocasionen un cambio de naturaleza o de composición de esos residuos. Estos residuos se pueden clasificar en función de su composición, su peligrosidad y la manera en que se generan éstos. Según esta última clasificación pueden ser domésticos, comerciales e industriales. *Este proyecto se centra en los residuos industriales.*

Según la ley 22/2011 de 29 de julio, de Residuos y Suelos Contaminados [1], se definen los residuos industriales como aquellos que son resultantes de los procesos de fabricación, de transformación, de utilización, de consumo, de limpieza o de mantenimiento generados por la actividad industrial, excluidas las emisiones a la atmósfera.

Las sociedades modernas se caracterizan por poseer un gran desarrollo y una industria que le suministra bienes y servicios para satisfacer sus necesidades, sin importar las repercusiones ambientales de los procesos de extracción de la materia prima ni de los procesos de producción. La actividad industrial genera una gran cantidad de residuos con incidencia en el entorno natural: aire, agua y suelo, además de originar otros impactos como los ruidos. Estos residuos industriales se han clasificado en tres grandes bloques:

- Residuos inertes.
- Residuos asimilables a residuos urbanos.
- Residuos especiales.

Los residuos inertes los integran escorias, escombros, chatarras, vidrios y cenizas. No presentan grandes riesgos al medio ambiente debido a su composición y características, además de no afectar a la salud humana. Estos residuos se pueden depositar, verter o almacenar sin tratamiento previo.

Los residuos industriales asimilables a residuos urbanos se generan principalmente en las industrias de los sectores de alimentación, papel, cartón, plástico y textiles. Tienen



una composición degradable, que con el uso de tecnologías similares a las empleadas en los procesos de tratamiento de los residuos urbanos permiten su tratamiento.

Los residuos especiales son considerados como residuos peligrosos, puesto que poseen un potencial contaminante alto y ponen en riesgo la salud humana y el medio ambiente [2].

3.2. *RECICLADO Y VALORIZACIÓN*

El reciclado y la valorización se definen como todo procedimiento que permite el aprovechamiento de los recursos contenidos en los residuos, sin poner en peligro la salud humana y sin utilizar métodos que puedan causar perjuicios en el medio ambiente. Por consiguiente, si no puede evitarse la producción de residuos, éstos deben reutilizarse o debe recuperarse su material o su energía. Además, lleva asociado beneficios que protegen al medio ambiente al reducir el consumo de recursos tanto de materias primas como del uso de energía y evitar la producción de contaminantes perjudiciales para la salud humana. Hay varios tipos de reciclado:

- Reciclado primario: consiste en la recuperación del material para su uso en la misma aplicación.
- Reciclado secundario: el material se recupera para un uso menos exigente.
- Reciclado químico: se utiliza en plásticos y pretende la recuperación de las materias primas que lo originaron.
- Valorización energética: son las acciones que se realizan para recuperar la energía contenida en los residuos, bien como combustible alternativo o como incineración con recuperación de energía.
- Destrucción del residuo sin recuperación.

Las etapas más habituales en el reciclado son:

- Recogida, identificación y separación de los residuos.
- Acondicionamiento.
- Procesado y transformación de los materiales recuperados.

- Medida de las propiedades del nuevo producto, siendo esta etapa el objetivo de este trabajo.

Como en todos los aspectos de la sociedad, hay que tener en cuenta la viabilidad económica. Por ello, hay que evaluar los costes de separación y acondicionamiento del material, coste del procesado del producto, características y aplicación del producto resultante y por último, la demanda del mercado para el material valorizado [3].

3.3. RECICLADO DE ALUMINIO

En la industria se denomina aluminio primario, cuando se produce a partir de su mineral bauxita, y de segunda fusión o secundario, cuando su materia prima se obtiene a partir de la transformación del aluminio y chatarras de piezas ya usadas, o tienen su origen en el proceso de fabricación de materiales de aluminio como virutas, recortes, etc. [4]. Una de las ventajas del aluminio, es que se puede realizar su reciclado sin que se produzca una pérdida de la calidad del producto final. Además, mediante la producción de aluminio secundario se consigue ahorrar un 5% de la energía en comparación con la producción de aluminio primario y reducir la cantidad de residuos producidos [5, 6].

En la actualidad, el aluminio reciclado constituye un tercio del aluminio total que se consume en el mundo, existiendo una gran variedad de materias primas y de hornos que se pueden utilizar. En la Figura 1, se muestra un esquema del proceso de obtención de la segunda fusión del aluminio.

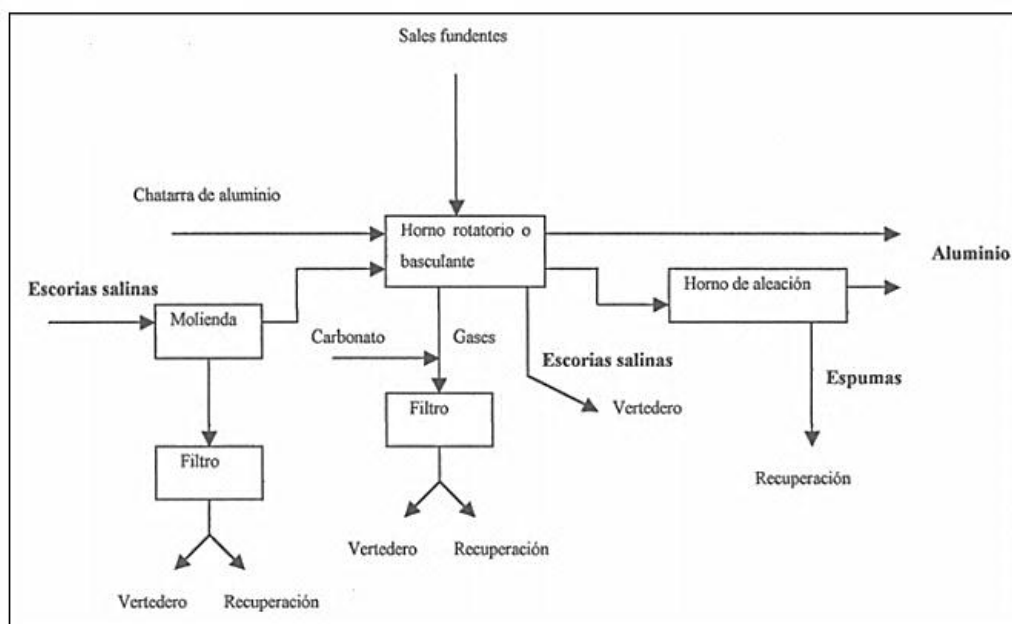


Fig. 1. Esquema del proceso de obtención de la segunda fusión del aluminio [7].

Durante el proceso de obtención de aluminio secundario se pueden generar varios tipos de residuos, que se pueden observar en la Tabla 1.

Tabla 1. Tipos de residuos generados en la producción secundaria del aluminio [7].

Residuo	Origen
Polvos de filtro de molienda	Pretratamiento de escorias de aluminio
Polvos de filtro de gases de horno	Horno de fundición
Espuma	Horno que no utiliza sal
Escorias salinas	Fundición en horno rotatorio

3.4. ESCORIAS SALINAS GENERADAS EN EL ALUMINIO SECUNDARIO

Las escorias salinas se generan cuando se usan mezclas de sales como fundente para cubrir el material fundido y prevenir la oxidación (Figura 2), incrementando el rendimiento y aumentando la eficacia térmica.

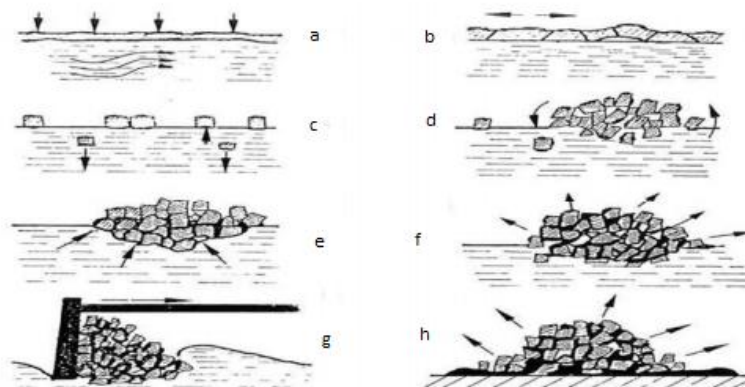


Fig. 2. Formación de escoria salina en la obtención de aluminio secundario [8].

- a) Oxidación de la superficie.
- b) Trituración de la superficie del óxido por el movimiento del baño.
- c) Hundimiento y flotación de las partículas oxidadas.
- d) Conglomerado de partículas oxidadas.
- e) Rellenado de partículas de aluminio metálico.
- f) Oxidación del aluminio.



- g) Formación de escoria en la superficie del baño fundido.
- h) Goteo de aluminio metálico y oxidación de los sólidos durante el enfriamiento de la escoria.

Dependiendo de la mezcla de materia prima y del tipo de horno utilizado, la cantidad de escorias salinas producidas por tonelada de aluminio secundario es muy variable, según la pureza de la materia prima y la cantidad de sales fundentes necesarias. La composición también varía, siendo habitual encontrarse en las escorias [7]:

- Metales libres como aluminio, hierro, silicio, cobre, etc.
- Óxidos metálicos: Al_2O_3 , Na_2O , K_2O , SiO_2 , MgO .
- Fundentes: $NaCl$, KCl , $MgCl_2$, NaF , $AlCl_3$, $CaCl_2$.
- Otros derivados: NaI , C_3Al_4 , Al_2S_3 .
- Otras sales: Na_2SO_4 , Na_2S , criolita.
- Otros elementos: C.

En la lista europea de residuos (LER), las escorias salinas se encuentran dentro del capítulo 10 donde se engloban los residuos de procesos térmicos. Este capítulo se divide en otros subcapítulos donde se hallan los residuos de la termometalurgia de aluminio, en el cual se localizan las escorias de la producción secundaria del aluminio (Tabla 2).

Tabla 2. Lista europea de residuos (LER) [9].

CÓDIGO	RESIDUOS
10	Residuos de procesos térmicos
10.03	Residuos de la termometalurgia del aluminio
10.03.08	Escorias salinas de la producción secundaria
10.03.09	Granzas negras (Dross) de la producción secundaria

Estas escorias procedentes del aluminio secundario se consideran residuos peligrosos, lo que impide que puedan ser enviadas a vertedero por su reactividad con el agua. Haciendo necesaria una reutilización de las escorias y de este modo, conseguir un subproducto que haga económicamente más viable el reciclado del aluminio [6]. En España, hay varias empresas que trabajan con escorias salinas, una de ellas es Idalsa,

situada en Pradilla del Ebro (Zaragoza), que consigue en el proceso de valorización de las escorias salinas tres subproductos (Figura 3):

- Aluminio metálico.
- Sales fundentes.
- Óxidos (productos no metálicos)

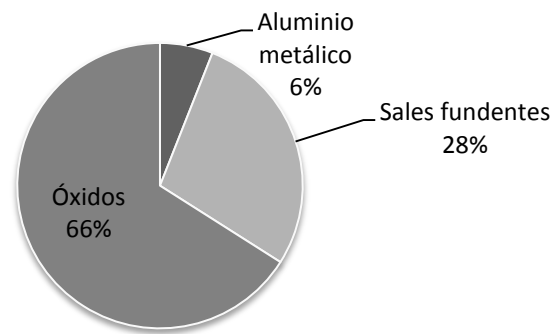


Fig. 3. Subproductos de las escorias salinas [10].

Se pueden reciclar las escorias reincorporándolas al horno de fusión, o bien por trituración, molienda y clasificación granulométrica.



Fig. 4. Pila de escorias salina [11].

Tras la recepción de la escoria salina se realiza la trituración mecánica del material y su clasificación (Figura 4). Con estas operaciones se consigue extraer el aluminio metálico no recuperado (Figura 5) durante la producción secundaria, siendo separado del resto para comercializarlo de nuevo en otros sectores.



Fig. 5. Aluminio no recuperado [11].

Se realiza una molienda con la intención de reducir el tamaño de las partículas para que se asegure una perfecta disolución de las sales. La siguiente etapa consiste en la disolución con agua de las partículas molidas, su reacción controlada y el filtrado a vacío para obtener los óxidos. Durante la disolución se crea salmuera que se cristaliza mediante evaporadores.

Durante todo el proceso se ha generado un material de fino de granulometría inferior a $100\ \mu\text{m}$, obteniéndose un polvo o filler de aluminio cuya composición depende de la calidad de la materia prima. Según Befesa, localizada en Cabezón de Pisuerga (Valladolid), que es la empresa que lo ha desarrollado, denomina paval a este material fino, cuya definición según la propia empresa sería el óxido de aluminio recuperado a partir de la escoria salina generada como consecuencia del empleo de sal común en calidad de fundente y protector del aluminio durante el proceso de fusión [12].



Fig. 6. Montones de paval [11].



Fig. 7. Diagrama del proceso realizado por la empresa Befesa [11].

En términos generales, el polvo de aluminio está compuesto por una mezcla de diferentes compuestos de aluminio como aluminio metálico (Al), alúmina (Al_2O_3); cuarzo (SiO_2); silicio metálico; hierro y otros metales como magnesio, cobre; cloruros y fluoruros de sodio, potasio y calcio [13].

Una de las problemáticas que presenta el paval es que es considerado como un residuo peligroso por la Unión Europea. Según la directiva 91/689/CEE se define como residuo peligroso aquel que tenga como característica: ser explosivo, comburente, fácilmente inflamable, irritante, nocivo, tóxico, cancerígeno, corrosivo, infeccioso, sustancias o preparados que emiten gases tóxicos al entrar en contacto con el aire, con el agua o con un ácido, sustancias o preparados susceptibles de dar lugar a otra sustancia por un medio cualquiera [14].

De las características descritas anteriormente, el polvo de aluminio es tóxico, reactivo y contaminante, además de desprender espontáneamente metano (CH_4), amoníaco (NH_3), hidrógeno (H_2) y sulfuro de hidrógeno (H_2S) en presencia de agua o humedad ambiental [13].

Se encuentran pocos estudios realizados sobre este material [7, 13]. En esta Escuela se ha abierto una línea de investigación sobre paval [15], *tras analizar los resultados de dicho estudio, se ha intentado disminuir la temperatura de sinterización de los residuos de paval con la adición de escoria de soldadura.*

3.5. RECICLADO DE ESCORIA DE SOLDADURA

El proceso de soldadura por arco sumergido consiste en la fusión de un electrodo continuo que se encuentra protegido por la escoria generada que se denomina flux.

En la soldadura por arco sumergido se cubre la zona a soldar con una capa de fundente y se introduce a través de éste un alambre que actúa como electrodo, de tal modo que el arco eléctrico quede cubierto bajo la capa de escoria fundida.

Una de las características más importantes de este tipo de soldadura es el aprovechamiento que se hace de la energía del arco eléctrico, al no producirse pérdidas por radiación, llegando a conseguir un rendimiento calórico del 80-90 %.

Gracias al fundente en la soldadura por arco sumergido (Figura 8) se logra proteger del medio ambiente al baño de soldadura y al cordón. Esto limita la oxidación de los elementos metálicos aleantes y ayuda a transferir el calor en las superficies a soldar [16].

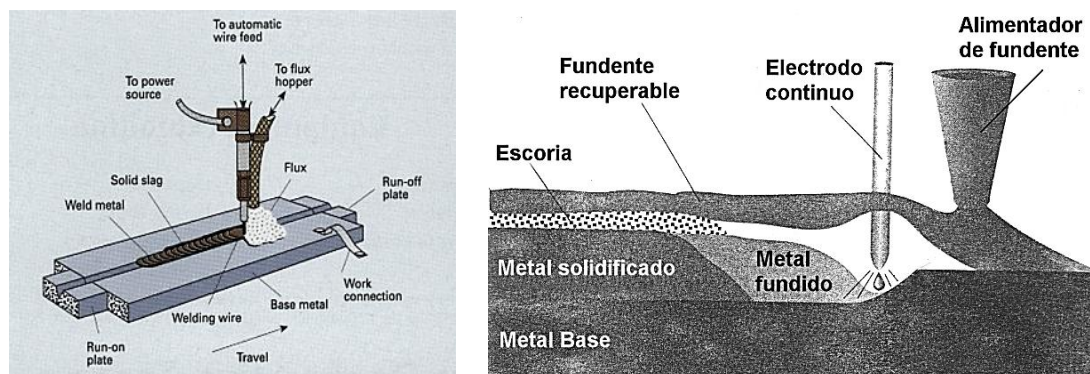


Fig. 8. Esquema de soldadura por arco sumergido [17, 18].

Los fabricantes de flux no facilitan la composición química de sus productos aunque están compuestos por diversos minerales mezclados. Entre ellos se encuentra SiO_2 , TiO_2 , CaO , MgO , Al_2O_3 , MnO , K_2O , Na_2O , Li_2O , FeO , ZrO_2 y CaF_2 .

Durante la soldadura se genera como residuo flux no fundido (Figura 9) que se recoge mediante equipos de recuperación que extrae el residuo a través de aspiración por vacío. Este residuo puede ser reciclado aunque antes debe ser depurado de cualquier tipo de contaminante [19].



Fig. 9. Partículas de flux.

El flux se encuentra en la lista europea de residuos (LER) (Tabla 3) dentro del capítulo 12 donde se sitúan los residuos del moldeo y del tratamiento físico y mecánico de superficie de metales y plásticos. Este capítulo se divide en otros subcapítulos donde se localizan los residuos del moldeo y tratamiento físico y mecánico de superficie de metales y plásticos, y por último, en otro subcapítulo se encuentran los residuos de soldadura.

Tabla 3. Lista europea de residuos (LER) [9].

CÓDIGO	RESIDUOS
12	Residuos del moldeo y del tratamiento físico y mecánico de superficie de metales y plásticos
12.01	Residuos del moldeo y tratamiento físico y mecánico de superficie de metales y plásticos
12.01.13	Residuos de soldadura

Este residuo no es considerado como peligroso, pero son necesarias unas condiciones de almacenamiento a fin de evitar una absorción excesiva de humedad por parte del flux [19].

- La temperatura debe ser superior en 5°C como mínimo, en relación a la temperatura ambiente.
- Debe almacenarse a cubierto, sin contacto directo con el agua de lluvia o condensación.



Existen pocos datos y estudios relacionados con la escoria de soldadura [20, 21]. En la Escuela Politécnica Superior de Zamora se inició el estudio sobre este material en una línea de investigación [22], prosiguiéndose con este proyecto, entre otros en desarrollo.



4. PROCESADO DE MATERIALES CERÁMICOS

4.1. INTRODUCCIÓN

Una definición amplia de materiales cerámicos sería que son sólidos inorgánicos no metálicos producidos mediante tratamientos térmicos [23]. Los materiales cerámicos son compuestos químicos formados por una combinación de elementos metálicos y no metálicos, unidos entre sí por enlaces iónicos o covalentes. En comparación con los metales y plásticos son materiales duros, no combustibles y no sufren oxidación [23, 24]. Las características generales que presentan los materiales cerámicos son:

- Enlace iónico y/o covalente.
- Presentan estructura cristalina de base compleja.
- Formados por elementos metálicos y no metálicos.
- No experimentan deformación plástica.
- Tienen fractura frágil.

En cuanto a las propiedades más relevantes de los materiales cerámicos nos encontramos [25]:

- Elevada resistencia a compresión.
- Baja conductividad eléctrica y térmica.
- Opacidad.
- Elevada fragilidad y dureza.
- Baja tenacidad.
- Buena resistencia a la corrosión y al desgaste.
- Alta temperatura de fusión.

Estos materiales se pueden clasificar por diversos parámetros, una de las clasificaciones más utilizadas es dividirlos en cerámicas tradicionales y cerámicas avanzadas. Se consideran cerámicas tradicionales a las derivadas de las arcillas como son las porcelanas, ladrillos, baldosas y vidrios; mientras que las cerámicas avanzadas son las

descubiertas en los últimos años encontrándose en este grupo los materiales eléctricos, magnéticos y ópticos [26].

4.2. *TÉCNICAS DE PROCESADO DE MATERIALES CERÁMICOS*

Las técnicas de procesado de los materiales cerámicos son similares entre sí presentado pocas variaciones en los procesos básicos. El método más habitual en la fabricación de cerámicos con el material de partida en forma de polvo o partículas, es la compactación en una matriz con la forma requerida, y posterior realización de un proceso térmico a elevadas temperaturas para conseguir que las partículas se enlacen entre sí [24]. Las etapas básicas para el procesado son:

- 1) Fabricación de polvos.
- 2) Mezcla de polvos.
- 3) Conformado del material: compactación, moldeo, etc.
- 4) Tratamiento térmico: secado, sinterización, etc.
- 5) Operaciones de acabado.

Aunque estas son las etapas básicas en el proceso de fabricación de un material cerámico, existen casos en las que no son necesarias todas [26].

4.2.1. *PREPARACIÓN DEL MATERIAL*

Para poder realizar el procesado de fabricación habitual es necesario disponer de los materiales en forma de polvo, por lo que será necesario adecuar nuestro material a una granulometría determinada. Este tamaño reducido de partícula permite una mejor sinterización, además de evitar que se aglomeren las partículas. Para conseguir este tamaño de partícula se dispone de varias opciones cuya elección depende de:

- Dureza y tenacidad de la materia prima.
- Tamaño de materia prima y tamaño final deseado.
- Humedad del material.
- Cantidad de producto necesaria.
- Impurezas de la materia prima.

Los mecanismos por los cuales se reduce el tamaño de partícula por los procesos de trituración y molienda son:

- Por corte y cizalla.
- Por compresión.
- Por abrasión y desgaste.
- Por impacto.

En los distintos procesos de trituración y molienda puede haber una mezcla de los cuatro mecanismos [27]. Esto es lo que sucede en el molino de bolas, que es el método que se utilizó en este trabajo.

Molino de bolas

Es el molino industrial más común. Se encarga de moler el material procedente de las diferentes etapas de trituración y reducir el tamaño del mismo. Su principal característica es que permite pulverizar material más fino que otros tipos de molino, esto es debido a que las bolas presentan más superficie de contacto con el material. Este molino es muy utilizado en productos de silicato, cemento, vidrio, cerámica, etc.

El molino de bolas (Figura 10) está compuesto por una carcasa cilíndrica que gira sobre su propio eje. Dentro de esta carcasa se introduce el material. Además de bolas esféricas que deben ser de mayor tamaño y dureza que el material a triturar, el molino debe estar entre un 35% - 45% de nivel de llenado [28].

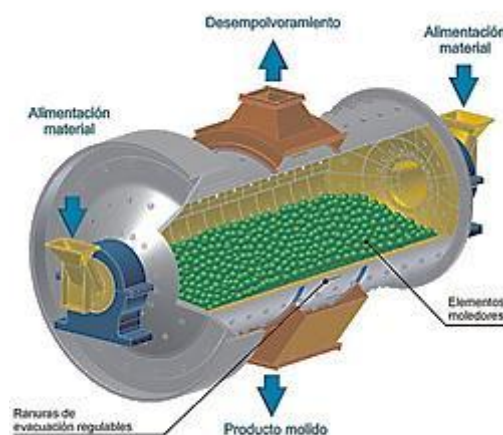


Fig. 10. Esquema de molino de bolas [29].



El material a su paso por el molino puede ser fracturado por impacto con las bolas y por abrasión, desgastándose de manera paulatina [28]. En el proceso hay que tener en cuenta algunas variables como las revoluciones de giro, tiempo, velocidad, etc. Por ejemplo, si la velocidad fuese muy baja, las bolas apenas se moverían y no machacarían el material; mientras que si la velocidad fuese muy alta, se produciría un efecto de centrifugado y por tanto, el material y las bolas se pegarían a las paredes del molino evitando que se produjese la molienda del material [30].

4.2.2. MEZCLA DEL POLVO

Tras las operaciones de trituración y molienda se debe acondicionar el material para su tratamiento posterior. Para ello, se puede realizar una distribución granulométrica mediante tamizado, que es un método físico para separar las partículas de diferente tamaño [27].

Para lograr resultados óptimos en el compactado y sinterizado, se necesita que los polvos estén lo más homogéneos posible antes del proceso. Para ello, se deben mezclar y combinar. Entendiéndose por mezclado, a la unión de polvos de la misma composición química; y por combinar, a la mezcla de polvos con diferente composición química. Los objetivos del mezclado son:

- Obtener uniformidad, ya que la mezcla ideal es aquella en la que todas las partículas de cada material se distribuyen uniformemente.
- Introducir polvos de distintos materiales.
- Mezclar los polvos con lubricantes, para mejorar sus características.

El mezclado se puede realizar por medios mecánicos, aunque un mezclado excesivo puede modificar la forma de las partículas y endurecerlas, lo que dificultaría la operación de compactación [31].

4.2.3. TÉCNICAS DE CONFORMADO DEL MATERIAL.

Existe una gran cantidad de técnicas con las que se pueden fabricar los materiales cerámicos. Los métodos de conformado se pueden clasificar de diversas maneras, a continuación se expone una de las más típicas [26]:



- Compactación:
 - Compactación Uniaxial (Dry Pressing).
 - Compactación isostática.
 - Moldeo por gravedad.
- Moldeo de pastas:
 - Moldeo en barbotina.
 - Proceso Starch.
- Conformado plástico
 - Moldeo por inyección.
 - Moldeo por extrusión.

Compactación

Mediante las técnicas de compactación o compresión, se pretende dar forma a las partículas y obtener una densidad necesaria para que la pieza tenga la resistencia suficiente para poder seguir procesándola. Esta pieza compactada recibe el nombre de pieza en verde, aunque todavía no tiene todas las propiedades mecánicas deseadas. Se conoce como densidad en verde, a la densidad que posee la pieza en verde [31].

La representación gráfica de la densidad en función de la carga de compactación de los polvos se denomina curva de compresibilidad. Mediante esta curva se puede conocer la presión mínima que hay que aplicar para obtener la máxima densidad de los especímenes.

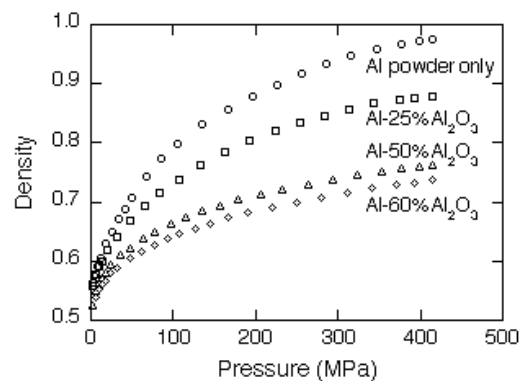


Fig. 11. Curva de compresibilidad de Al-Al₂O₃ [32].

En base a la curva de compresibilidad (Figura 11), los materiales cerámicos no soportan grandes presiones, puesto que se pueden producir fisuras e incluso llegar a romperse, a diferencia de lo que sucede con los materiales metálicos ya que pueden soportar presiones más elevadas [33, 34].

Existen diferentes técnicas de compactación, que se pueden clasificar según la manera de aplicar la presión o si la técnica se realiza en frío o en caliente.

Compactación uniaxial (Dry Pressing)

Es el método de compactación más habitual. El polvo es compactado en una matriz metálica mediante presión aplicada en una sola dirección. La pieza conformada toma la geometría de la matriz de la superficie a través de las que se aplica presión. Las velocidades de producción son altas y se trata de un proceso de bajo coste, aunque uno de los inconvenientes de este método está en las formas, que sólo pueden ser sencillas y poco esbeltas.

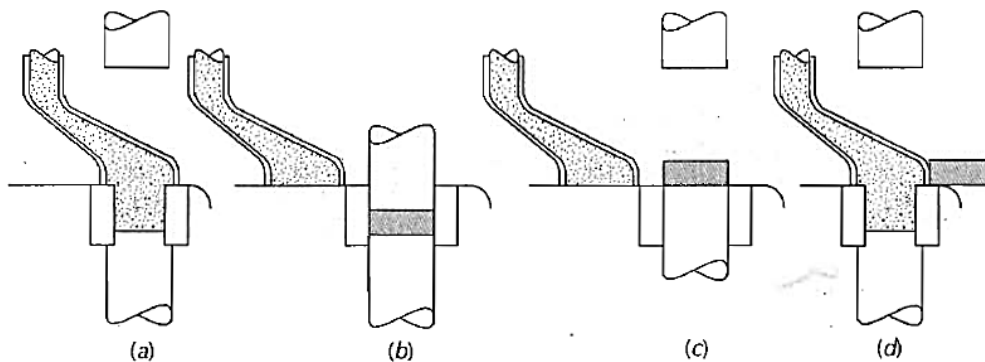


Fig. 12. Esquema compactación uniaxial [35].

Compactación isostática

En este método (Figura 13), el polvo está contenido en un envoltorio de goma o de aluminio ("lata") perfectamente sellado al que se le aplica presión mediante un fluido. La fuerza de la presión aplicada compacta el polvo uniformemente en todas las direcciones, gracias a la Ley de Pascal, obteniendo el producto la forma del contenedor. Con este proceso se pueden fabricar piezas con formas más complejas que con la compactación uniaxial y una densidad en las piezas más uniforme, pero con el inconveniente de que se trata de una técnica mucho más lenta y cara.

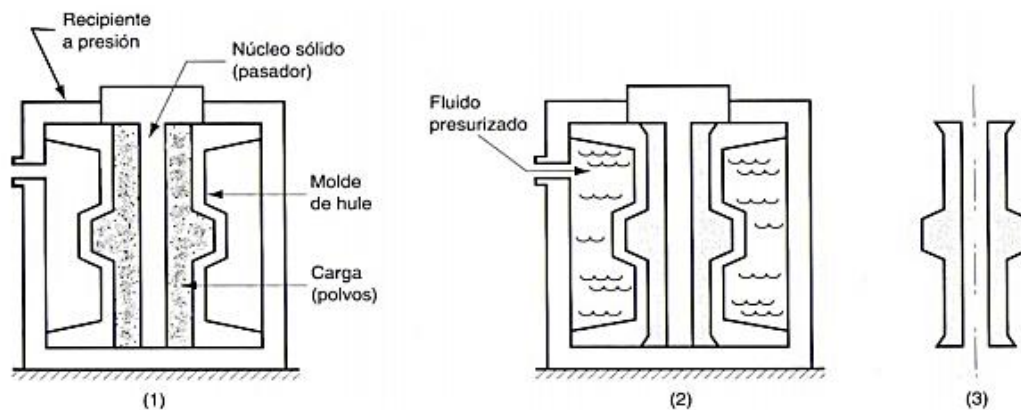


Fig. 13. Esquema compactación isostática en frío [31].

Tras los procesos de compactación uniaxial como de compactación isostática, es necesario una operación de sinterización después de la operación de prensado. Es una de las técnicas más idóneas para compactar materiales de tipo cerámico [33].

Moldeo por gravedad

Este proceso consiste en verter la materia de manera que llene la cavidad del molde por la acción de su propio peso. En este método se realiza la sinterización con los polvos dentro del molde, lo que provoca ciertas dificultades al retirar la pieza del molde tras la sinterización. A diferencia de los métodos anteriores en éste no se realiza compactación [33].

Moldeo de pastas

Moldeo en barbotina (Slip casting)

Se utiliza principalmente para polvos cerámicos. Este proceso (Figura 14) se compone de varias etapas, en las que es necesaria la preparación de una pasta mezclando un material pulverulento y un líquido en una suspensión estable. Este líquido se vierte en un molde poroso, normalmente de escayola. Al absorberse la parte líquida de la pasta se queda adherido a la superficie del molde una película de material semiduro. Mientras que el líquido restante se elimina. Tras el secado del material en el molde la pieza es manipulable para posteriormente realizar la sinterización.

Este proceso tiene la desventaja de que no se tiene precisión dimensional de las piezas finales, teniendo un carácter artesanal, tratándose de un método ideal para obtener piezas complejas [26].

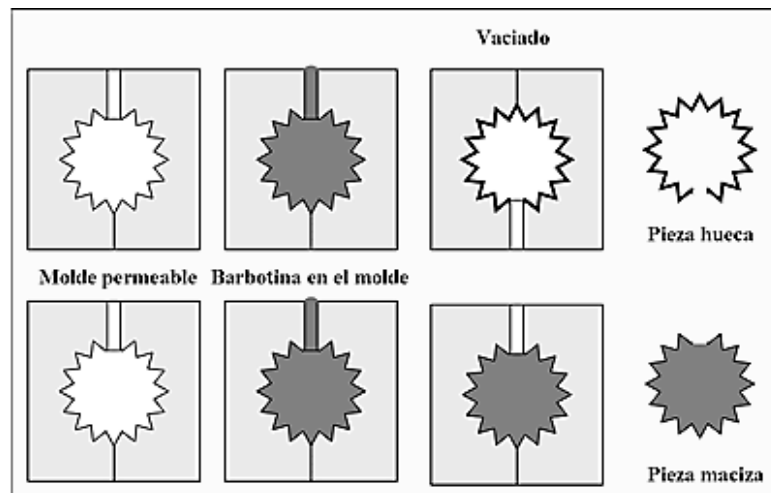


Fig. 14. Moldeo en barbotina [36].

Proceso Starch

Este proceso es una variante del moldeo en barbotina. La diferencia fundamental entre ambos métodos es la elección del ligante y el molde, que en este caso suele ser de silicona, plástico o de metal, mientras que en el moldeo por barbotina es de escayola. Se pueden utilizar como ligante, almidones extraídos de granos de cereales como maíz, trigo o arroz; de raíces como patata; y pueden ser químicos [37]. Las propiedades del almidón por su capacidad de dispersión en agua, como gelificante y por ser una técnica de bajo coste, hacen que este método se pueda convertir en uno de los más usados en las técnicas de conformación de materiales cerámicos [33].

Los granos de almidón son insolubles en agua a temperatura ambiente, pero sí lo son cuando se calienta la disolución entre 55 y 80°C. Al disolverse los granos en el agua, éstos la absorben, aumentando el tamaño de los granos [37-39]. Utilizar almidón como ligante mejora el manejo de las piezas en verde, aunque todavía no adquiera buenas propiedades mecánicas.

Este método ha sido el utilizado para fabricar las piezas cerámicas del presente estudio. En otras líneas de investigación realizadas en la Escuela también se eligió esta técnica para la fabricación de las mismas, debido a la sencillez y bajo coste de la técnica además de la facilidad de eliminación del ligante durante la sinterización [15, 22, 40-42].

Conformado plástico

Moldeo por inyección

Es una técnica que permite producir a costes bajos, componentes de geometría complejas con alta precisión. Se trata de un método similar al moldeo por inyección de plásticos. Una vez mezclado los polvos cerámicos con un ligante, se calientan para formar una masa de baja viscosidad y se inyectan bajo presión en un molde de acero. La mezcla adopta la forma del molde, que se deja enfriar y solidifica. El ligante puede ser extraído de la pieza por métodos térmicos o químicos, obteniéndose la pieza en marrón, que es el nombre que recibe la pieza sin ligante. Esta pieza en marrón es sometida a procesos de sinterización para aumentar su densidad [43].



Fig. 15. Moldeo por inyección [44].

Moldeo por extrusión

El moldeo por extrusión de cerámicos es similar al de polímeros, en él se utiliza un transportador de tornillo helicoidal, por donde el polvo es transportado desde la tolva hasta la boca de descarga, por una cámara de calentamiento. Como la abertura de la boca de la matriz tiene la forma del producto que se desea obtener, el proceso es continuo. Posteriormente se corta el producto en la medida adecuada [43].

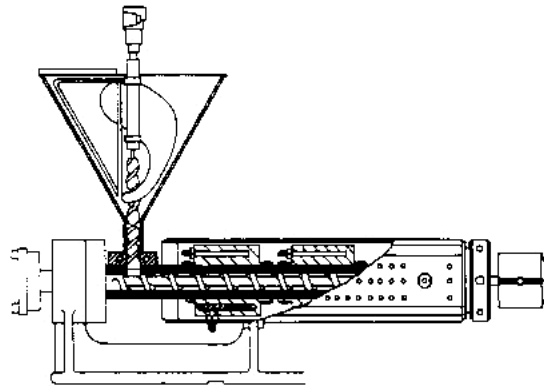


Fig. 16. Moldeo por extrusión con una matriz para placas cerámicas [45].

4.2.4. SINTERIZACIÓN

La sinterización es la unión de partículas sólidas a altas temperaturas, por debajo del punto de fusión, mediante mecanismos de transporte atómico en estado sólido. A escala microestructural la unión se realiza gracias al crecimiento de cuellos de unión que se forman entre las partículas que entran en contacto. Los cambios estructurales asociados al crecimiento del cuello de unión durante el sinterizado se rigen por procesos de difusión.

La sinterización se inicia al ponerse dos partículas en contacto y aumentar la temperatura, haciendo que se forme una zona común en poco tiempo, que crece de forma relativamente rápida. La segunda etapa que necesita un tiempo más largo, va eliminando aristas en la zona de contacto de ambas partículas, a la vez que crece la superficie de la misma y se empiezan a desarrollar, en la zona común, propiedades diferentes a las que tenían las partículas por separado [46].

Teoría de la sinterización

Si se consideran dos partículas esféricas en contacto de un material pulverulento cualquiera, cada partícula tendrá varios puntos de contacto como el que se puede observar en la Figura 17. Durante la sinterización, cada punto de contacto se agranda, dando origen a un borde de grano. El estado final, que se alcanza teóricamente en un tiempo infinito, da como resultado una única esfera con un diámetro igual a 1,26 veces el diámetro original de las partículas, debido a que de esta manera, la energía de superficie es la mínima posible [47].

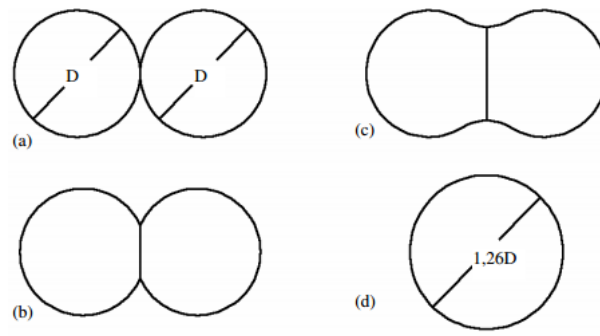


Fig. 17. Unión de dos partículas esféricas durante la sinterización: (a) Contacto puntual inicial. (b) Formación del cuello y creación del borde de grano. (c) Crecimiento del cuello y acercamiento de los centros. (d) Condición final [47].

La función principal de la sinterización, es la de obtener la unión máxima posible entre las partículas, a través del contacto entre ellas, que a su vez, genera la difusión de los átomos, cohesionando de este modo las partículas.

La etapa inicial de la sinterización se caracteriza por la formación y el rápido crecimiento de cuellos entre partículas (Figura 18), dando lugar a los primeros enlaces atómicos entre ellas. Por lo general, en esta etapa no hay aumento de densidad, ya que los centros de las partículas no se acercan entre ellos [47].

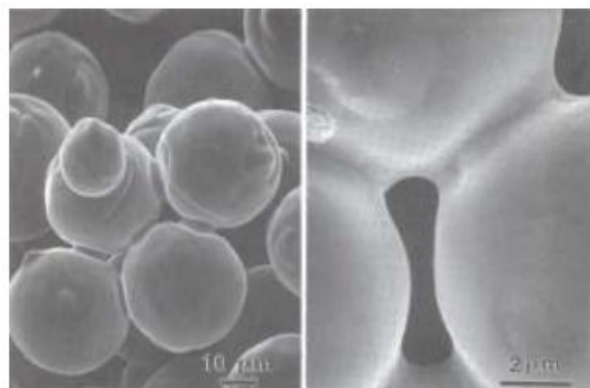


Fig. 18. Formación de cuellos entre partículas durante la sinterización [48].

En la etapa intermedia de la sinterización, la estructura de poros se suaviza, adquiriendo formas redondeadas, pero aún interconectadas entre sí. Impulsado el material a reducir su energía de superficie, los poros adquieren formas cilíndricas, dando lugar a una estructura similar a una red. Es común que ocurra el crecimiento del tamaño de grano en la última parte de la etapa intermedia, y que algunos poros queden aislados al interior de los granos, separados de la red de porosidad.



La existencia únicamente de poros aislados indica que el material ha ingresado en la etapa final de la sinterización. En esta etapa apenas se aprecia variación de densidad y de sus dimensiones. Por otro lado, el gas atrapado en los poros aislados limita la densidad máxima alcanzable, por ello es posible conseguir una mayor densidad si se realiza el proceso en vacío [47].

Problemas en el sinterizado

Varias condiciones pueden dar lugar a un sinterizado inadecuado disminuyendo las propiedades del material. Estos problemas son [33, 49]:

- Densidad variable: ocasionado por un apoyo inadecuado durante el sinterizado o por las variaciones en la densidad de las piezas al densificar.
- Quemado: es uno de los problemas más comunes. Cuando se sobrepasa la temperatura óptima de sinterización se produce un crecimiento de grano excesivo que disminuye las propiedades deseadas o incluso reacciones químicas no previstas.
- Quemado de los aglutinantes: se debe al añadir ceras o grafito en exceso, ya que si se trata de un material metálico su eliminación es compleja, sucediendo lo contrario en los materiales cerámicos.
- Transformaciones polimórficas: este problema puede darse tras el sinterizado, en la etapa de enfriamiento, si se produce un cambio de volumen.

En esta Escuela se han realizado varios estudios relacionados con la sinterización de materiales cerámicos [15, 22, 40-42], produciéndose en todos ellos sinterización en presencia de fase líquida.

La sinterización con fase líquida se produce en sistemas bifásicos que contienen polvos mixtos en los que una de las fases tiene un bajo punto de fusión. Esta fase, que debe ser la procedente del polvo minoritario, se transforma en líquido dando lugar a un sistema mixto sólido-líquido. En dicho sistema, el líquido puede permitir el transporte rápido de materia y, en consecuencia, acelerar el sinterizado [46]. Se consigue un aumento de la densificación en tres etapas [50]:

- La primera etapa consiste en la redistribución del líquido y el reordenamiento de las partículas sólidas bajo la influencia de gradientes de tensión debidos a la capilaridad.
- En la segunda etapa se produce una densificación y acomodación de la forma de grano por la reprecipitación y disolución de partículas.
- Por último, en la etapa final de la sinterización se produce la eliminación de los poros, debido a la coalescencia de las partículas.

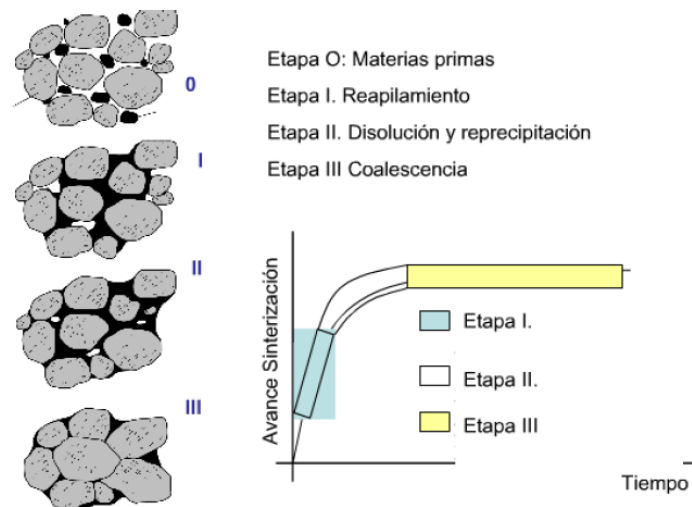


Fig. 19. Etapas de la sinterización con fase líquida [15].



5. COMPORTAMIENTO ACÚSTICO

En muchos casos los materiales cerámicos tienen que cumplir una serie de especificaciones técnicas relativas a su comportamiento acústico para su puesta en servicio. A continuación se expondrán una serie de conceptos básicos sobre esta disciplina.

Se define la acústica como la parte de la ciencia que estudia la generación, transmisión y recepción de energía en forma de ondas vibratorias en la materia y el efecto que dicha energía pueda producir [51].

Los materiales acústicos son aquellos que poseen propiedades de absorción de ondas sonoras. Los materiales absorbentes más utilizados son las espumas, fibras de vidrio y lanas minerales. Se consideran absorbentes debido a que están formados por una estructura de celda abierta que el sonido puede atravesar y como consecuencia, son materiales altamente transmisores del sonido. La propagación de las ondas acústicas se ven afectadas por los siguientes fenómenos físicos:

- Absorción: Cuando una onda sonora incide contra una superficie, una parte de su energía se refleja pero otra es absorbida. Para cuantificar las propiedades absorbentes de un material se utiliza el coeficiente de absorción del sonido (α), que es la relación entre la energía absorbida y la energía incidente. Se considera como energía absorbida la porción de energía que no es reflejada hacia el interior. Los valores para el coeficiente de absorción están comprendidos entre 0 y 1, que son el cien por cien de reflexión y absorción, respectivamente.
- Difusión: Este fenómeno se produce cuando la onda sonora choca con una superficie irregular y la energía se refleja en múltiples direcciones [52].
- Reflexión: Si una onda sonora se encuentra un obstáculo una parte de la energía es reflejada. El sonido se refleja como la luz y el ángulo de incidencia es igual al ángulo de reflexión.
- Difracción: Cuando las ondas que se propagan en un medio encuentran obstáculos a su paso que impiden su propagación, se produce un fenómeno denominado difracción. El borde del obstáculo o el orificio cuando el obstáculo está perforado, pasa a ser una fuente secundaria que emite ondas de misma frecuencia y longitud de onda, pero con la amplitud media de las ondas originales [53].

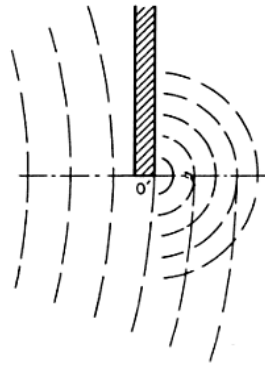


Fig. 20. Difracción de ondas [53].

- Refracción: Cuando en la propagación de la onda sonora existe un cambio del medio de propagación, su velocidad y dirección pueden variar.
- Transmisión: Si la onda sonora incide en una superficie, parte de su energía pasa a través de ella, para continuar propagándose al otro lado del obstáculo [52].

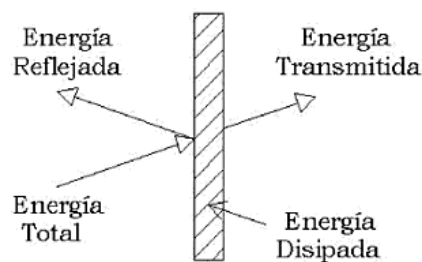


Fig. 21. División de la energía incidente en una superficie [52].

Una de las propiedades que se analizan en este estudio, es la porosidad de las piezas. Es por ello, que a continuación se realiza una somera descripción del comportamiento acústico de los materiales porosos.

Cuando una onda acústica encuentra un material poroso, el aire contenido en las células se pone en vibración y una parte de la energía acústica incidente se transforma en calor debido a la fricción que se produce. Para que la reflexión sea mínima, es necesario que el material sea muy poroso, con el objetivo de que contenga el mayor volumen de aire posible [53].

A continuación, se muestra el coeficiente de absorción lineal para diferentes frecuencias de algunos materiales típicos utilizados en construcción:

Tabla 4. Valores del coeficiente de absorción para materiales de construcción [54].

Materiales	Coeficientes					
	125Hz	250Hz	500Hz	1000Hz	2000Hz	4000Hz
Ladrillo, sin enlucir	0,03	0,03	0,03	0,04	0,05	0,07
Revoque de cal y arena	0,04	0,05	0,06	0,08	0,04	0,06
Placa de yeso	0,29	0,10	0,05	0,04	0,07	0,09
Moqueta sobre hormigón	0,02	0,06	0,14	0,37	0,60	0,65
Bloque de hormigón ligero poroso	0,36	0,44	0,31	0,29	0,39	0,25
Suelo de hormigón	0,01	0,01	0,015	0,02	0,02	0,02
Mármol o azulejos	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,02
Madera	0,15	0,11	0,10	0,07	0,06	0,07
Panel de madera aglomerada	0,47	0,52	0,50	0,55	0,58	0,63
Parquet	0,04	0,04	0,07	0,06	0,06	0,07
Parquet de madera sobre listones	0,20	0,15	0,12	0,10	0,10	0,07
Alfombra de goma de 0,5 cm de espesor	0,04	0,04	0,08	0,12	0,03	0,10
Cortina 475 g/m ²	0,07	0,31	0,49	0,75	0,70	0,60
Espuma de poliuretano de 50 mm	0,15	0,25	0,50	0,94	0,92	0,99
Lana de vidrio de 14 kg/m ³ y 50 mm de espesor	0,25	0,45	0,70	0,80	0,85	0,85
Ventana de vidrio	0,35	0,25	0,18	0,12	0,07	0,04
Pared de ladrillo enlucida con yeso	0,013	0,015	0,02	0,03	0,04	0,05
Puertas y ventanas abiertas	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

6. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO

Por otro lado, algunos materiales cerámicos deben poseer un buen comportamiento frente al desgaste. Si en el caso del comportamiento acústico una de las propiedades más influyentes es la porosidad, en el caso del comportamiento frente al desgaste, la dureza y la densidad son unas de las variables más importantes. El campo que estudia estos fenómenos se denomina como Tribología.

El término “Tribología” corresponde a la ciencia que estudia la interacción entre superficies en contacto y en movimiento, así como los problemas que surgen relacionados con ellos tales como la fricción, adhesión, desgaste y lubricación.

Un sistema tribológico se compone del material, un cuerpo opuesto que es el contramaterial y la intercara material-contramaterial. También existe la posibilidad de la presencia de un lubricante o incluso otras partículas entre ambos cuerpos. Además, el desgaste del material no es una propiedad intrínseca. El tipo de desgaste que se va a producir varía según la carga aplicada, el movimiento que se produzca entre el material y el contramaterial, la temperatura y la influencia del entorno [55].

Es importante destacar que existen algunos factores que provocan el aumento del desgaste. Cuanto mayor es la dureza de un material, en la mayor parte de los casos mejora su resistencia al desgaste. De la misma manera, un aumento de la carga aplicada provocará un mayor desgaste. La resistencia al desgaste por abrasión se ve favorecida por un incremento de la tenacidad de fractura. Asimismo, un aumento de la velocidad produce un mayor desgaste si en la superficie de contacto se alcanza una mayor temperatura [43, 56].

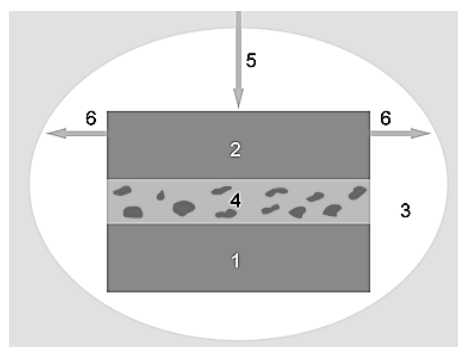


Fig. 22. Sistema tribológico [57].

1. Material.
2. Cuerpo opuesto: Contramaterial.
3. Influencias del entorno: Temperatura, humedad relativa, presión, etc.

4. Lubricante o partículas intermedias.
5. Carga aplicada.
6. Características del movimiento.

El objetivo de la lubricación es la separación de las dos superficies con deslizamiento relativo entre sí, de forma que se evite el daño en ellas, es decir, para lograr que el rozamiento y el desgaste sea el mínimo posible. Para ello, es necesario que exista una película de lubricante de espesor suficiente entre las dos superficies en contacto para evitar el desgaste.

Se define fuerza de fricción entre dos superficies en contacto a la fuerza opositora al movimiento de una superficie sobre la otra, comúnmente llamada fuerza de fricción cinética o a la fuerza que se opone al inicio del movimiento denominada fuerza de fricción estática [58].

El desgaste es el daño de la superficie por remoción de material de una o ambas superficies sólidas en movimiento relativo. La evaluación del desgaste producido de manera cuantitativa se realiza por medio de la pérdida de masa, este método se aplica sólo al comparar materiales semejantes en régimen abrasivo-adhesivo [59, 63].

$$K \left(\text{mm}^3 / \text{N} \cdot \text{m} \right) = \frac{\text{masa perdida (g)}}{\text{densidad} \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) \times \text{carga (N)} \times \text{distancia (m)}} \times 1000 \quad (1)$$

Según su origen se puede hacer una clasificación de los tipos de mecanismos de desgaste:

Desgaste abrasivo: Es el daño generado a superficies que deslizan por acción de partículas sólidas que se encuentran presentes en la zona de rozamiento. Por este motivo, también forma parte de este desgaste las partículas que se desprenden durante el proceso de rozamiento. Estas partículas que se separan del conjunto, tienen una gran dureza y se mueven libremente por la zona de rozamiento o incluso se trasladan en la zona de rozamiento por uno de los elementos del par tribológico, actuando así como microasperezas [60].

En base a esto, un sistema de clasificación establece dos tipos de abrasión: abrasión de dos cuerpos y abrasión de tres cuerpos (Figura 23). En la abrasión de dos cuerpos la protuberancia abrasiva está fija a uno de los cuerpos en movimiento relativo. Mientras que en la abrasión de tres cuerpos, una partícula abrasiva suelta es atrapada entre las dos

superficies en movimiento. El desgaste es mucho mayor en un sistema abrasivo de dos cuerpos que en uno de tres, debido a que en este último la partícula abrasiva puede rodar la mayor parte del tiempo causando un desgaste menor [61].



Fig. 23. Desgaste abrasivo; a) entre dos cuerpos, b) entre tres cuerpos [62].

Dependiendo del comportamiento de los materiales que forman el sistema tribológico, se pueden distinguir dos tipos de desgaste abrasivo. El primer mecanismo es propio de los metales al producirse deformación plástica. En el otro mecanismo se produce rotura frágil, comportamiento típico de los materiales cerámicos. En algunas ocasiones nos podemos encontrar con el primer mecanismo acompañado del segundo, cuando los materiales tienen mayor fragilidad. En el primer caso, el volumen eliminado se ve influenciado por la carga aplicada, geometría, dureza de las partículas abrasivas y fracción de material desplazado, también denominado surcos. No obstante, en el mecanismo propio de materiales cerámicos este volumen depende de la formación de fracturas y grietas laterales. Como se puede observar en la Figura 24, la forma de las partículas puede producir fenómenos de corte, cuñas, surcos e incluso la formación de grietas.

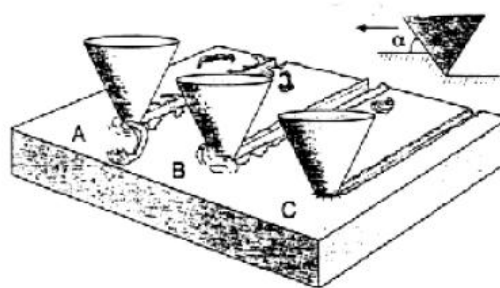


Fig. 24. Tipos de abrasión: a) corte, b) acuñaado c) surcado [33].

Desgaste adhesivo: Es el proceso mediante el cual se transfiere material de una a otra superficie durante su movimiento relativo, como resultado de una unión en frío en los puntos de interacción de asperezas de manera que a veces, parte del material que se ha separado vuelve a la superficie original y en otros, se libera en forma de virutas o rebaba. Durante este tipo de desgaste puede suceder una cadena de procesos como adhesiones,

roturas superficiales o películas de transferencia que pueden incitar un cambio a régimen abrasivo [60].

En algunos casos, al superar el límite elástico del material las asperezas se deforman plásticamente hasta que el área real de contacto incrementa lo suficiente para soportar la carga aplicada, de tal modo que las superficies pueden adherirse, dando lugar a una soldadura en frío. Los continuos deslizamientos causan que las uniones entre asperezas sean cizalladas y se formen nuevas uniones. La presencia de partículas contaminantes puede ayudar a minimizar esta adhesión, que se dispersan del área de contacto por el movimiento relativo que sucede en la interfase. La rotura se producirá siempre en el material donde las uniones presenten una menor resistencia [33, 63].

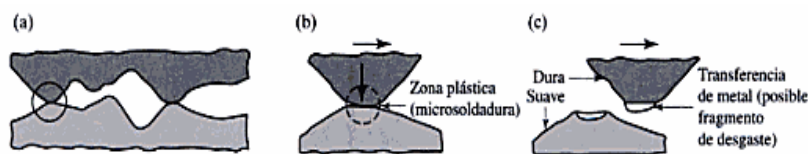


Fig. 25. Esquema de (a) dos asperezas que se tocan, (b) adhesión entre dos asperezas, y (c) la formación de una partícula de desgaste [64].

Durante el mecanismo de adhesión se crea una interconexión mecánica por las irregularidades. Se produce una difusión de moléculas a través de la interfase y una vez que tiene lugar la transferencia electrónica a través de la interfase de contacto, se forma la adsorción por las uniones mediante enlaces fuertes o fuerzas del tipo Van der Waals [33, 63].

Desgaste triboquímico: Es el desgaste que se produce en presencia de un agente agresivo. Cuando existe corrosión y desgaste simultáneamente, la pérdida de material se incrementa de tal forma que se produce un efecto sinérgico. Pertenece a este grupo el desgaste por oxidación que se observa en un par deslizante sujeto a la acción del aire de la atmósfera o contenidos de oxígeno en un lubricante, donde el óxido formado en la superficie experimenta desgaste. Un proceso de desgaste triboquímico se puede dividir en tres etapas [43, 60]:

- La difusión del oxígeno hacia la superficie del metal.
- El crecimiento de la película de óxido y su ruptura durante el deslizamiento.



- Y por último, la formación de productos de reacción y micropilas de corrosión, que pueden producir picaduras con la posterior formación de microgrietas.

Desgaste por fatiga: Este tipo de desgaste se debe a la acción de grandes esfuerzos o tensiones superficiales que producen la aparición de cavidades o grietas.



Fig. 26. Desgaste por fatiga entre dos superficies en deslizamiento [65].

Desgaste erosivo: Consiste en el desgaste producido por una corriente de partículas abrasivas. Las propiedades del material que sufre el desgaste, tienen un efecto significativo en la relación entre el desgaste y el ángulo de ataque de las partículas.

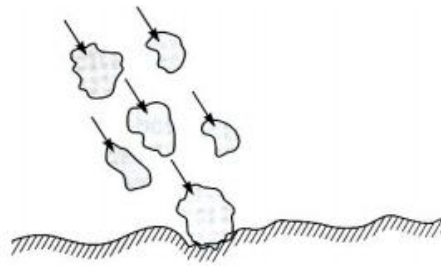


Fig. 27. Esquema del desgaste por erosión [65].

II. PROCESO EXPERIMENTAL

II. PROCESO EXPERIMENTAL	40
7. PROCESO EXPERIMENTAL	41
7.1. MATERIAS PRIMAS.	41
7.2. ADECUACIÓN DEL MATERIAL	44
7.3. FABRICACIÓN DE LAS PIEZAS.....	45
7.4. SINTERIZACIÓN	52
7.5. ENSAYO ACÚSTICO.....	54
7.6. ENSAYO DE DESGASTE.....	56
7.7. ENSAYO DE DUREZA	60
7.8. MICROSCOPIA ÓPTICA	62
7.9. DETERMINACIÓN DE LA FIABILIDAD MEDIANTE LA DISTRIBUCIÓN DE WEIBULL: MÓDULO DE WEIBULL.	62
7.10. FABRICACIÓN DE UNA PLACA CERÁMICA SUSCEPTIBLE DE SER EMPLEADA COMO REFRACTARIO	64

7. PROCESO EXPERIMENTAL

7.1. MATERIAS PRIMAS.

Los materiales que se han empleado en este estudio han sido los residuos industriales paval y flux, que provienen de la escoria de la segunda fusión del aluminio y de la escoria de soldadura respectivamente.

- ***Paval***

Este polvo de aluminio se obtiene por el reciclado de chatarra de aluminio para la obtención del llamado aluminio secundario en el que se produce inevitablemente una escoria al mismo tiempo. Esta escoria consiste fundamentalmente en una mezcla de sales y alúmina (Al_2O_3). Mediante un proceso industrial, se trata la escoria salina para obtener por un lado las sales y por otro lado un filler de aluminio (paval), siendo este polvo de color gris y muy homogéneo, en cuanto a su aspecto físico [66].

En el presente proyecto, el paval que se ha utilizado procede de trabajos anteriores realizados en el laboratorio de la Escuela Politécnica Superior de Zamora [15]. Este material fue suministrado por la planta de Befesa Escorias Salinas que se encuentra en la localidad de Cabezón de Pisuerga en Valladolid para valorizar el filler de aluminio y aprovechar este residuo.



Fig. 28. Muestra de paval disponible del laboratorio.

En la Tabla 5 se muestra la composición química del filler de aluminio, en porcentaje en peso de los óxidos.

Tabla 5. Composición paval.

Paval	
SiO ₂	3%
Al ₂ O ₃	67%
CaO	5%
MgO	8%
Otros	17%

Esta composición es orientativa, ya que la empresa productora de este residuo no facilita sus proporciones de forma concisa. Analizando los estudios sobre este material que han realizado otros autores [66, 67], se decidió trabajar con esta composición en el presente proyecto debido a la similitud de la composición aportada. Además, el Servicio de Difracción de Rayos X de la Facultad de Ciencias de la Universidad de Salamanca, nos facilitó un difractograma realizado a una muestra del filler de aluminio que se ha utilizado en este estudio (Figura 29). En el que se puede observar hidróxidos de aluminio y algunas sales, aunque la multitud de picos impiden ver con facilidad el resto de los componentes.

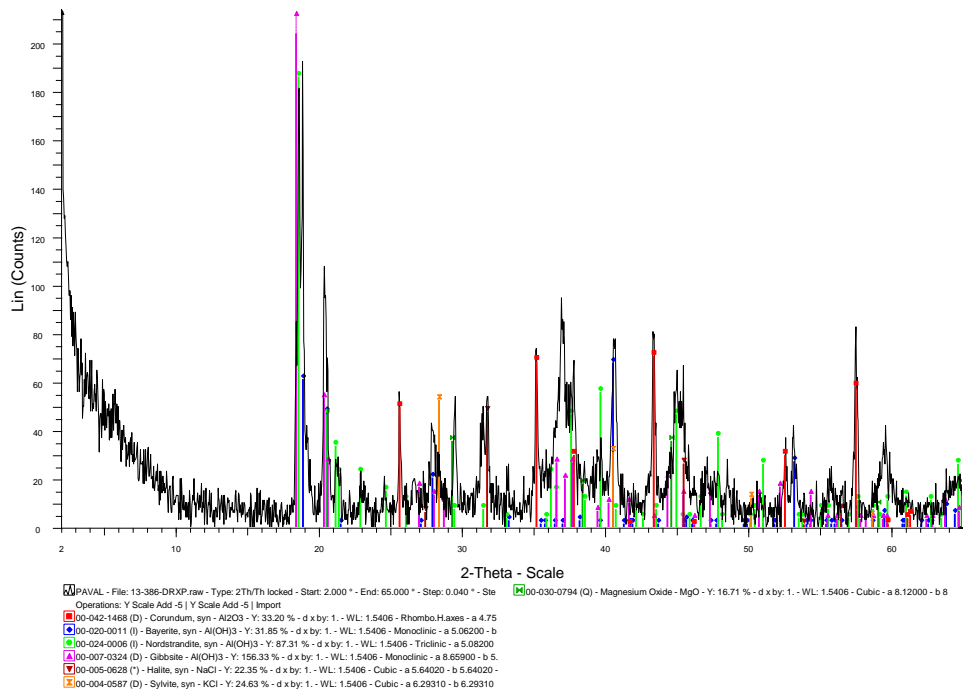


Fig. 29. Difractograma de la muestra de paval.

Antes de adecuar el material, se introdujo en el horno de secado a 110°C durante 24 horas para así asegurarnos que se encontraba completamente seco, debido a que el polvo

de aluminio desprende espontáneamente metano, amoníaco, hidrógeno y sulfuro de hidrógeno en presencia de agua o humedad ambiental [13].

Además, al tratarse de un residuo considerado como peligroso, durante las operaciones de adecuación de este material, fue necesaria la utilización de una mascarilla para evitar intoxicaciones respiratorias provocadas por el polvo de aluminio.

- **Escoria de soldadura o flux**

Se entiende por flux, a la escoria generada durante el proceso de soldadura por arco sumergido que consiste en la fusión de un electrodo que se encuentra protegido por dicha escoria. La escoria de soldadura o flux, que se encuentra en el laboratorio fue suministrada por la empresa Alstom Wind Altamira.



Fig. 30. Flux del laboratorio.

Tabla 6. Composición Flux.

Flux	
SiO ₂	5%
Al ₂ O ₃	25%
CaO	0%
MgO	25%
Otros	45%

En la Tabla 6 se presenta una composición aproximada de esta escoria. En el apartado de “Otros” se encuentran manganeso, hierro, fluoruros y otros compuestos que pueden aparecer en el flux. Al igual que sucedía con el paval, la composición exacta de la escoria de soldadura no se conoce, al no ser facilitada por la empresa que suministró este

residuo. En este proyecto, se utilizó esta composición basándonos en estudios realizados por otros autores [22]. Para conocer mejor la composición del flux, el Servicio de Difracción de Rayos X de la Facultad de Ciencias de la Universidad de Salamanca realizó un difractograma a una muestra del polvo de flux que se ha usado para realizar las probetas (Figura 31). En dicho difractograma se puede ver que aparecen distintos óxidos: sílice, alúmina, magnesia, óxido de hierro, etc., entre otros óxidos y fluorita.

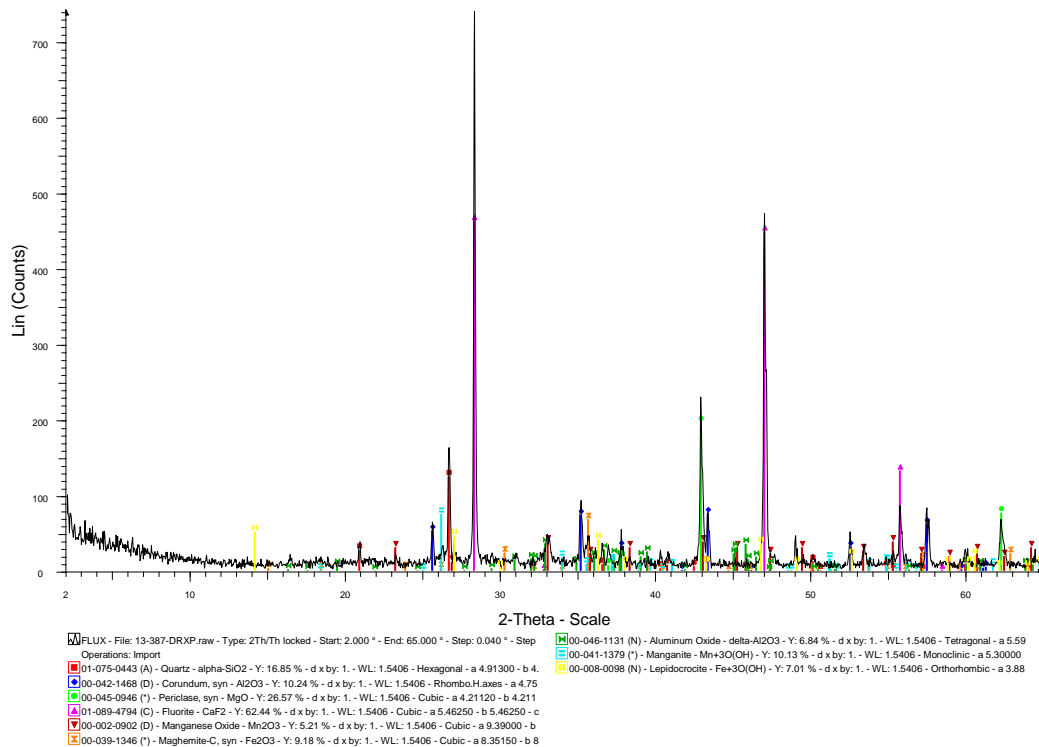


Fig. 31. Difractograma de la muestra de flux.

7.2. ADECUACIÓN DEL MATERIAL

Para obtener una óptima sinterización es necesario trabajar con tamaños de partículas inferiores a 0,063 mm. Para ello, el material se sometió a las operaciones de trituración y molienda en un molino de bolas convencional. Según la carga de material se introdujo la carga de las bolas, siendo necesarios 5 Kg de acero inoxidable en forma de esferas para una carga de 3 Kg de escoria de soldadura. Sin embargo, el paval no fue necesario molerlo ya que el material suministrado por Befesa ya se encontraba en forma de polvo.

Una vez molida la materia prima, se procedió a tamizarla para obtener el polvo deseado. Para ello, se utilizaron la serie de tamices de la marca CISA, que cumplen la normativa UNE-EN 993-1:1998 [68], colocando el tamiz de 63 μm en la última posición.



Fig. 32. Operación de tamizado para el flux.

Debido a la gran cantidad de partículas de hierro que se encuentran en el flux, una vez tamizado, se procedió a pasar un imán ferromagnético para poder retirarlas. Este procedimiento se realizó en torno a tres pasadas, para asegurar que la cantidad separada fuese la mayor posible, aunque no se puede quitar el hierro en su totalidad. El elevado peso de estas partículas férreas provocaría un aumento de la densidad de las probetas alterando el resultado de la investigación y dando lugar a reacciones no deseadas como se vió en estudios anteriores [22].



Fig. 33. Partículas ferromagnéticas retiradas del flux.

7.3. FABRICACIÓN DE LAS PIEZAS

Una vez obtenidos los polvos de cada materia prima, se empezó con la fabricación de las piezas de cada una de las composiciones de 8%, 10%, 12%, 15%, 20%, 30%, 40% y 50% en peso de flux y el correspondiente paval.



Tabla 7. Composición de óxidos (%) de cada una de las mezclas elegidas.

	Composición (%)				
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Otros
PV92FL8	3,16	63,64	4,6	9,36	19,24
PV90FL10	3,2	62,8	4,5	9,7	19,8
PV88FL12	3,24	61,96	4,4	10,04	20,36
PV85FL15	3,3	60,7	4,25	10,55	21,2
PV80FL20	3,4	58,6	4	11,4	22,6
PV70FL30	3,6	54,4	3,5	13,1	25,4
PV60FL40	3,8	50,2	3	14,8	24,8
PV50FL50	4	46	2,5	16,5	31

En la Tabla 7, se observan las composiciones, en porcentaje en peso, de cada uno de los óxidos para las combinaciones de paval con flux con las que se han realizado las probetas. A partir de ella, se puede representar un triángulo de reparto para cada combinación y así observar, su situación aproximada en el diagrama ternario SiO₂-MgO-Al₂O₃ [69].

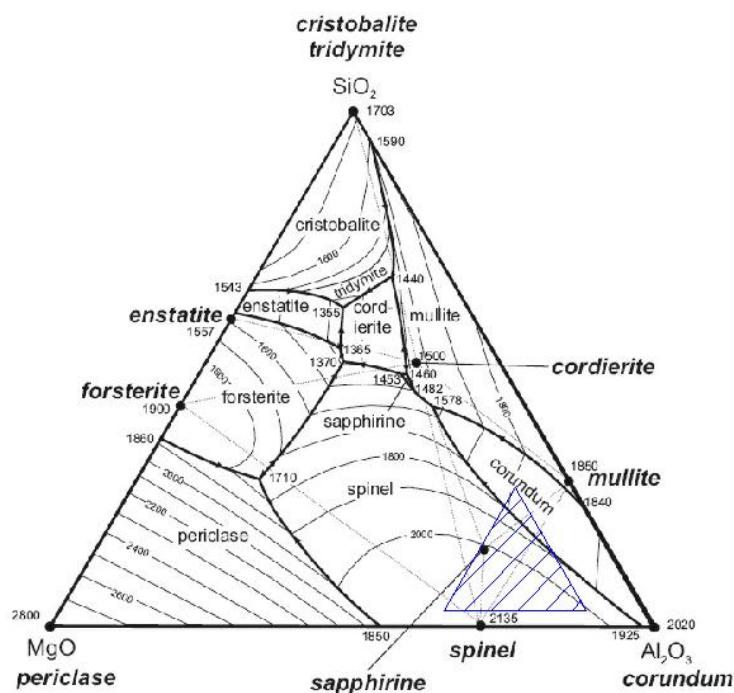


Fig. 34. Diagrama ternario SiO₂-MgO-Al₂O₃ para composición PV92FL8.

A la vista del diagrama ternario de la Figura 34, se observa que nos encontramos en la parte inferior, donde la temperatura de fusión se sitúa en torno a 2000°C. No obstante, como vamos a realizar una sinterización no será necesario llegar a temperaturas tan altas, porque la presencia de fase líquida y encontrarnos fuera de equilibrio producirán reacciones que permitan alcanzar la sinterización a temperaturas más bajas.

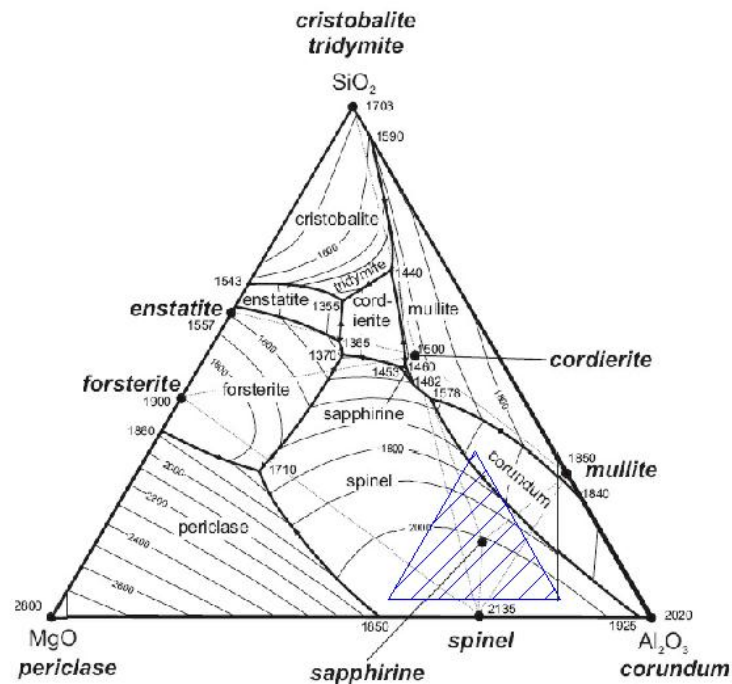


Fig. 35. Diagrama ternario SiO₂, MgO, Al₂O₃ para composición PV70FL30.

En la Figura 35, se representa el diagrama ternario de la composición PV70FL30, observándose que al aumentar la cantidad de flux, el triángulo de reparto se desplaza a la izquierda y ligeramente hacia la parte superior, lo que significa una disminución en la temperatura de fusión, circunstancia provocada por la adición de fundente. Este hecho se repite en la Figura 36, donde se muestra el diagrama ternario de la combinación PV50FL50.

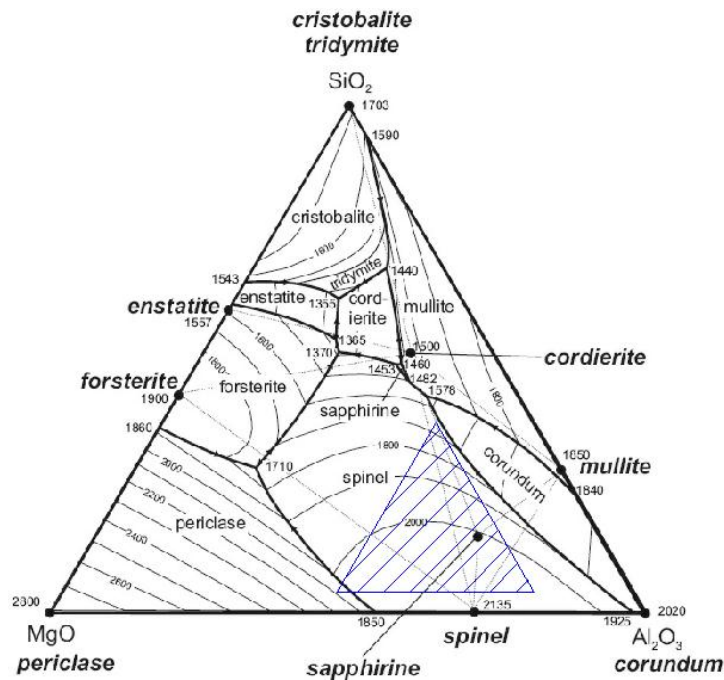


Fig. 36. Diagrama ternario SiO_2 , MgO , Al_2O_3 para composición PV50FL50.

Una vez determinado el porcentaje de cada una de las composiciones, se calculó el peso que se precisaba de cada materia prima y con ese valor, se realizó la pesada del material en una balanza de precisión de marca Kern mod. ALS-220-4N (Figura 37 izq.), la cual es capaz de determinar hasta 10^{-4} gramos con una sensibilidad de $\pm 0,0001$ gramos, aunque el peso máximo que puede medir esta balanza es de 220 gramos. En el laboratorio se contaba con otra báscula para realizar las pesadas de mayor cantidad, siendo también de la marca Kern mod. KB (Figura 37 dcha.), capaz de medir hasta 0,01 gramos y un peso máximo de 1,61 Kg.

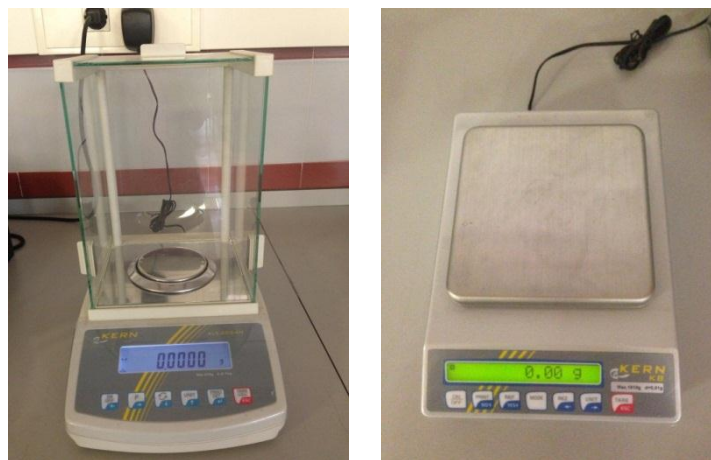


Fig. 37. Básculas utilizadas en el estudio.

Las piezas en verde se obtuvieron mediante el proceso de moldeo Starch. Una vez pesados los dos materiales se introdujeron en un recipiente para mezclar los polvos. Con el fin de mejorar la etapa de mezcla se añadieron unas varillas de acero inoxidable que actuaron como “mezcladores”. Dicha etapa, se realizó agitando enérgicamente durante tiempos de más de veinte minutos, ya que una buena mezcla facilita el trabajo al repartirse todo el material y obteniendo piezas más homogéneas.



Fig. 38. Mezcla de paval y flux en la fase de mezclado de polvos.

Como ligante se utilizó una disolución de almidón de arroz y agua destilada en las proporciones de 9 g de almidón de arroz por cada 225 ml. de agua destilada (Figura 39 izq.). La cantidad de ligante que se usó fue alrededor de 10 ml. por cada 14 g. de mezcla, siendo ésta la cantidad necesaria para conseguir una pasta cerámica que no sea ni demasiado fluida ni muy espesa.



Fig. 39. Disolución de almidón de arroz y agua destilada (izq.); operación de vertido del ligante en la mezcla de polvos (dcha.).

Los moldes que se destinaron para conformar las pastas, son de teflón con forma cilíndrica de 30 mm de diámetro y 25 mm de altura (Figura 40).



Fig. 40. Molde de teflón con tapa extraíble.

Una vez colocada la pasta en los moldes, se le dieron pequeños golpes para que quedase la menor cantidad de burbujas posible y también se buscó que la pasta se situase lo más plano-paralela a la base. Tras esto, se introdujeron alrededor de cuatro horas en el horno de secado de la marca MEMERT, modelo 100-800 (Figura 41), de esta manera se eliminó el agua con la que se realizó la mezcla.



Fig. 41. Horno de secado y detalle de la operación.

Tras desmoldarlas se observó que en la parte superior de la pieza se encontraba una zona irregular, de distinta tonalidad y más dura que el resto de la probeta, siendo necesario eliminarla con una lija. Este fenómeno es debido a un exceso de mezcla de almidón y agua suministrado durante el moldeo, ascendiendo hacia la parte superior por su ligereza, del mismo modo que las partículas más gruesas se depositan en el fondo. Estas piezas en verde, son manipulables aunque tienen muy poca resistencia por la gran cantidad de poros que poseen, que disminuirán con el posterior sinterizado.

Las piezas desmoldadas y eliminada la costra de la parte superior, se cortaron a la mitad utilizando una sierra con el fin de conseguir el doble de probetas, y de este modo optimizar tiempo y material. Tras el corte, las dos piezas se lijaron para eliminar posibles irregularidades ocasionadas por el corte y restos de partículas.

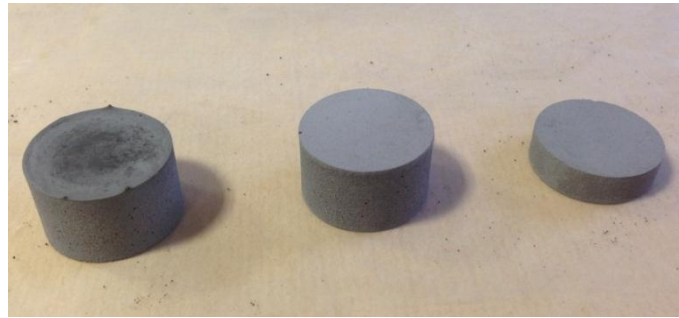


Fig. 42. Pieza recién extraída del horno (izq.); lijada (centro); cortada y lijada (dcha.).

Por último, antes de poder introducir las piezas en el horno de sinterizado, se determinaron las densidades en verde de cada una de las piezas. Para obtener el volumen, se utilizó un calibre digital de marca MITUTOYO (Figura 43) con precisión $\pm 0,01$ mm y para conocer la masa de las piezas se pesaron en la balanza de precisión descrita anteriormente.



Fig. 43. Operación de medida tras el proceso de secado, donde se observa una ligera contracción con respecto a los 30 mm de diámetro.

Con todos los datos obtenidos, se calculó la media de las densidades alcanzadas con cada composición y se desecharon todas aquellas que daban un resultado alejado de la media, con la intención de conseguir resultados más precisos y tener las mínimas dispersiones posibles.

En las piezas que no tenían forma regular o que se habían fracturado debido a su poca consistencia, se calculó la densidad por el método de inmersión, utilizando la balanza de precisión. De esta manera, se aplicó el principio de Arquímedes, por el cual el peso es proporcional al peso del volumen de líquido que desaloja al ser sumergido en éste [70]. El volumen de la probeta se determinó mediante la diferencia de peso antes y después de la inmersión. Al tratarse de un material poroso, es necesario sellarlo previamente.

La balanza utilizada es la misma de precisión utilizada antes, pero con un accesorio que permite medir el peso sumergido en agua (Figura 44). El cálculo de la densidad se realizó de acuerdo con la siguiente ecuación [33, 87]:

$$\rho_{\text{pieza}} = \frac{M}{\left[\left(\frac{P_{\text{tot}} - P_{\text{agua}}}{\rho_{\text{agua}}} \right) - \left(\frac{P_{\text{tot}} - M}{\rho_{\text{sell}}} \right) \right]} \quad (2)$$

Siendo:

ρ_{pieza} : Densidad de la pieza.

M: Peso de la pieza.

P_{tot} : Peso del material con sellante.

P_{agua} : Peso del material sumergido.

ρ_{sell} : Densidad del sellante, 1,1 g/cm³.

ρ_{agua} : Densidad del líquido de inmersión, 1 g/cm³.



Fig. 44. Balanza de precisión con el utillaje necesario para realizar método de inmersión.

7.4. SINTERIZACIÓN

Una vez que se han conseguido las piezas en verde y conociendo los valores de las densidades de cada pieza, se comienza con la sinterización para poder determinar su curva de sinterabilidad, en la que se representarán desde la temperatura de 1100°C, llegando hasta 1300°C en incrementos de 50°C.

El horno utilizado para la sinterización es el disponible en el laboratorio de materiales de la Escuela Politécnica Superior de Zamora, de la marca Microtest (Figura 45), que dispone de un controlador programable de temperatura, Call 9500 P Process

Controller. El horno está compuesto por varias resistencias de SiC y fabricado con refractario cerámico.



Fig. 45. Horno de sinterizado.

El proceso de sinterización consiste en calentar el horno hasta la temperatura a la que queremos que sinterice en distintas etapas. Como se puede ver en la Figura 46, en la primera etapa es en la que se calienta más rápidamente hasta llegar a los 600°C. Lo que se busca en esta etapa es eliminar el ligante que se había incorporado a la pieza para consolidarla en verde, obteniéndose de esta manera la pieza en marrón. Después de esta etapa, para asegurarnos de que se elimina el ligante, el horno permanece a esa temperatura durante dos horas. En la siguiente etapa, se sube la temperatura hasta 800°C en una hora y permanece a dicha temperatura durante las dos horas posteriores. Por último, se calienta hasta alcanzar la temperatura objetivo encontrándonos en nuestro caso entre 1100°C y 1300°C. Y como en las etapas anteriores, se mantiene la temperatura constante durante dos horas. Tras el ciclo de sinterizado, se deja enfriar el horno hasta que alcanza la temperatura ambiente para poder abrirlo y manipular las piezas. El proceso total tiene una duración aproximada de 24 horas.

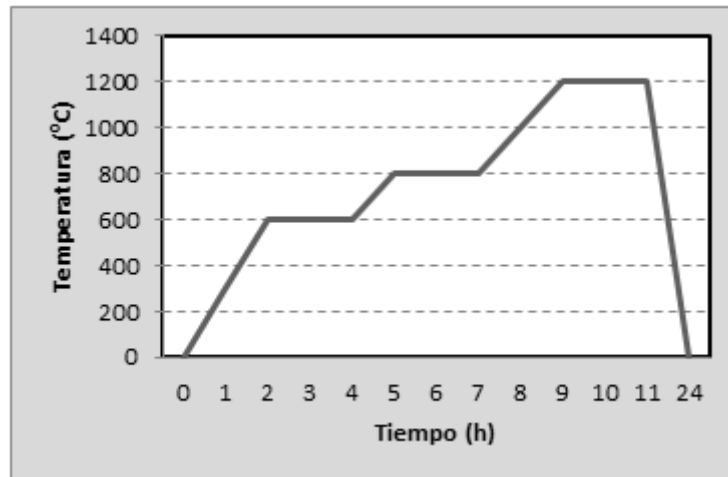


Fig. 46. Ciclo de sinterización.

Para no dañar la solera del horno, las probetas se colocaron sobre bases de piezas presinterizadas de paval resistentes a altas temperaturas, que habían sido fabricadas para este fin en un proyecto anterior [15]. También es necesario colocar las piezas en el horno separadas unas de otras (Figura 47), para que se pueda repartir el calor uniformemente por todas las muestras, y de este modo, intentar que sintericen todas por igual.



Fig. 47. Piezas en el horno de sinterizado.

Una vez terminado todo el proceso de sinterización, se sacaron las probetas del horno y se tomaron de nuevo todas las medidas de cada una de ellas, para calcular la densidad de sinterización del mismo modo, que se procedió anteriormente para obtener la densidad en verde.

7.5. ENSAYO ACÚSTICO

El objetivo de este ensayo es obtener el coeficiente de absorción acústica, siendo de gran aplicación en investigación y desarrollo de productos. Además se trata de un ensayo que necesita un espacio reducido y poco tiempo para su realización y obtención de los resultados. El coeficiente de absorción acústica se puede definir como el valor del cociente

entre la energía acústica absorbida por la superficie de la muestra del ensayo y la energía acústica incidente [71].

Para realizar el ensayo se ha utilizado un tubo de impedancia de la marca Microtest modelo ACAB3000 con amplificador, dos micrófonos y una fuente de alimentación de 100W (Figura 48), obteniendo los resultados mediante el software de adquisición y tratamiento de datos VALab2. Además de facilitar el coeficiente de absorción, también se puede conseguir el coeficiente de reflexión, la impedancia y la admitancia. La toma de datos que realiza el equipo es cada 10Hz, en un rango de frecuencias que se encuentra entre 800 y 6300 Hz, que corresponde al rango de frecuencias que es capaz de captar el oído humano [72].



Fig. 48. Tubo de impedancia.

En la norma UNE-EN ISO 10534-2[73] se recoge una serie de condiciones que es necesario tenerlas en cuenta para realizar correctamente el ensayo:

- Se debe encender diez minutos antes del ensayo la fuente de alimentación del altavoz para que se adapte la membrana.
- Los micrófonos se deben calibrar antes del ensayo.
- Cada micrófono medirá en las dos posiciones para corregir posibles errores.
- Las muestras deben quedar en el tubo de impedancia perfectamente estancas.

Las dimensiones de las probetas son ligeramente inferiores al tamaño del portamuestras del tubo de impedancia, siendo necesario envolverlas con esparadrapo o rectificarlas con vaselina o silicona, como se indica en la norma [73], para conseguir que la muestra quede completamente estanca (Figura 49).



Fig. 49. Preparación de piezas para ensayo acústico.

El método de ejecución del ensayo consiste en calibrar los dos micrófonos con un calibrador que emite un tono de 114 dB y 1000 Hz (Figura 50), quedando guardada la calibración en el programa del equipo informático. Además, se necesita suministrar al software la humedad, temperatura y presión atmosférica para que pueda realizar correctamente los cálculos ajustando el valor de la velocidad del sonido.



Fig. 50. Operación de calibración de los micrófonos.

A continuación, se introduce la probeta en el portamuestras y se ajusta en la parte posterior. Una vez que se colocan los micrófonos se inicia el ensayo que tiene una duración de dos minutos, y una vez pasado este tiempo se cambian de posición los micrófonos y se vuelve a iniciar el ensayo otros dos minutos. Tras esto, se muestran los resultados de forma continua mediante el software.

7.6. ENSAYO DE DESGASTE

Los factores o variables más importantes para evaluar o caracterizar el comportamiento frente al desgaste son los siguientes:

- Coeficiente de fricción.
- Coeficiente de desgaste.
- Análisis macroscópico y microscópico de las pistas de desgaste.

Se selecciona el tipo de ensayo pin-on-disk para realizar el ensayo de desgaste. Para el cálculo de los coeficientes de fricción se utilizó un tribómetro de la marca Microtest MT/60/NI (Figura 51). El tribómetro está diseñado para que el pin y la muestra giren entre sí; como consecuencia de ello, se origina una pista de desgaste en la superficie de la probeta. El contramaterial o pin presiona una carga determinada sobre la muestra mientras ésta se encuentra sujeta mediante unas mordazas al disco para impedir que se mueva durante el ensayo. En nuestro caso, se utilizó un pin esférico de acero al carbono 541HV de 6 mm de diámetro y una carga de 5 N.

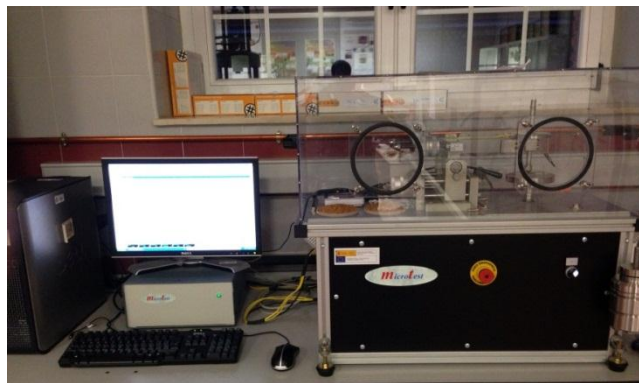


Fig. 51. Tribómetro.

Como fase previa al comienzo del ensayo tribológico, se debe realizar una etapa de adecuación del material en la que se realiza el pulido de la pieza. Esto se debe a que las superficies de las muestras deben ser lo más uniformemente posible, para que todas las piezas se encuentren en el mismo estado inicial antes del ensayo, porque en caso de que tuviesen diferentes rugosidades se podrían obtener distintos resultados [74].

Para realizar el pulido se utilizó una pulidora autónoma Struers LabPol-1 (Figura 52 izq.), que tiene una velocidad de 250 rpm. Las lijas empleadas fueron de carburo de silicio (SiC) de granulometría 180#, 500# y 1000#. Cada vez que se cambió de una lija a otra, fue necesario girar la pieza para poder borrar las huellas del desbaste anterior. Durante el pulido, se utilizó agua como refrigerante, por lo que se hizo necesario introducir las probetas en el horno secador para eliminar el agua que se hubiese introducido en los poros.



Fig. 52. Pulidora (izq.); comparación de pieza pulida y pieza sin pulir (dcha.).

Los valores del ensayo se obtuvieron a través del software conectado al equipo de ensayo que realiza un tratamiento y procesado de datos, obteniéndose de manera continua durante el ensayo, los datos de fricción e incremento de temperatura.

Antes de realizar el ensayo, fue necesario tomar medidas del peso de la muestra y de la bola que se empleó como pin, en la balanza de precisión. Además, se observó en un higrómetro el valor de la humedad relativa, ya que para el tipo de ensayo pin-on-disk se siguió la norma ASTM G99-05 [75], la cual recomienda para la elaboración de este ensayo una humedad relativa en el ambiente menor del 30%, y una temperatura ambiente inferior a 30°C. Para conseguir estas condiciones, el tribómetro se encuentra dentro de una campana de metacrilato y se utilizaron sales desecantes para poder disminuir la humedad por debajo del 30%, según dicta la norma [75]. En la Tabla 8 se describen las condiciones y parámetros elegidos para la elaboración de los ensayos.

Tabla 8. Condiciones de ensayo tribológico.

CONDICIONES AMBIENTALES	
Medio	Aire (Condiciones atmosféricas)
Temperatura	< 30°C
Humedad	< 30%
CONDICIONES MECÁNICAS	
Muestra	Paval+Flux
Pin	Acero
Diámetro	6 mm
Carga	5 N
Radio de fricción	6 cm
Lubricante	Ninguno
Velocidad angular	320 rpm
Velocidad lineal	0,2 m/s
Distancia recorrida	720 m
Duración	1 h

Para realizar el ensayo, se colocó la muestra en el plato del tribómetro y se fijó, para que no se moviese durante el ensayo. Posteriormente, se comprobó que tanto el plato como el equipo se encontrasen perfectamente nivelados. A continuación, se colocó el pin y las pesas con las que se iban a realizar el ensayo, siendo de 5N las utilizadas en este proyecto. Una vez colocados el pin y la probeta, se limpiaron con alcohol para eliminar la suciedad. Después, se introdujo el termopar de tal forma que estuviese en contacto con la bola del pin y se puso en funcionamiento el ensayo. Durante el ensayo, el software informático muestra de forma continua la evolución del coeficiente de fricción y la variación de la temperatura en función de la distancia recorrida por el pin. Al terminar el ensayo, se tomaron medidas del peso tanto de la probeta como del pin para observar la variación que habían sufrido durante el ensayo y de este modo poder calcular el coeficiente de desgaste.

7.7. ENSAYO DE DUREZA

Además del estudio tribológico, otra manera de determinar la resistencia de las probetas es mediante el ensayo de dureza, variable que influye de forma determinante sobre el comportamiento tribológico. Existe una amplia variedad de métodos de ensayo para evaluar las diferentes durezas que se pueden encontrar dependiendo del tipo de material en cada caso [76].

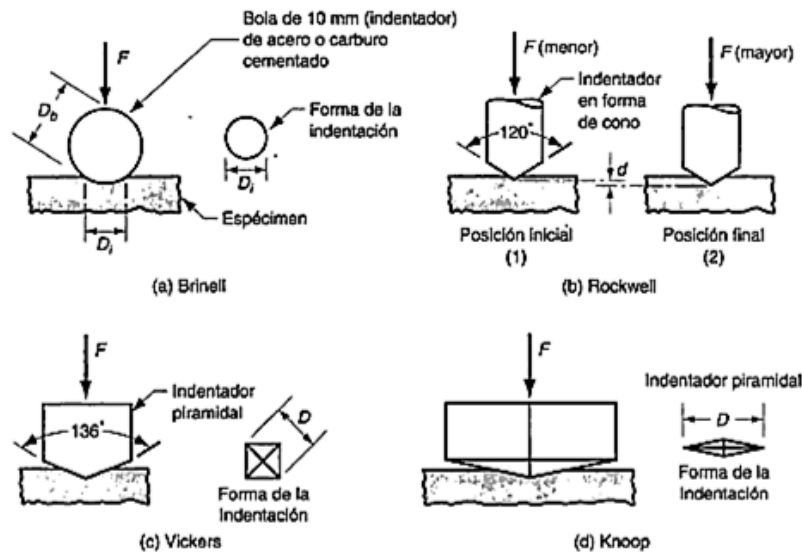


Fig. 53. Métodos más habituales de ensayo de dureza [76].

Una de las ventajas del ensayo Brinell es que es posible medir la dureza sobre una superficie extensa sin reflejar variaciones a pequeña escala. No obstante, también tiene una serie de limitaciones ya que el ensayo no se considera válido cuando se aplica sobre materiales demasiado duros o blandos [77].

En el ensayo de Vickers el indentador es un diamante con geometría piramidal, dejando una huella en la superficie de la muestra. En las técnicas Brinell y Rockwell, las cargas aplicadas son mayores que para la técnica Vickers. Por este motivo en el ensayo de dureza de materiales cerámicos se suele utilizar la técnica Vickers o Knoop, puesto que los materiales ensayados podrían fracturarse [78]. Como consecuencia, es necesario que la superficie donde se realice la huella se encuentre en unas condiciones de pulido óptimas [35, 76].

En la Tabla 9 se muestra la dureza de distintos materiales dispuesta en orden ascendente de dureza.

Tabla 9. Valores de dureza de algunos materiales [76].

Material	Dureza Vickers, HV	Dureza Knoop, HK
Acero de herramienta endurecido	800	850
Carburo cementado	2000	1400
Alúmina, Al ₂ O ₃	2200	1500
Carburo de tungsteno, WC	2600	1900
Carburo de silicio, SiC	2600	1900
Nitruro de titanio, TiN	3000	2300
Carburo de titanio, TiC	3200	2500
Nitruro de boro cúbico, BN	6000	4000
Diamante, policristalino sinterizado	7000	5000
Diamante, natural	10000	8000

En este caso, para medir la dureza se utilizó un durómetro de ultrasonidos con escalas intercambiables de marca Krautkrämer-Branson Mod. Microdrull (5Kgf) (Figura 54), en este proyecto se realizó microdureza Vickers al tener una carga inferior a 1 kg, concretamente 0,5 kg (HV_{0,5}). Antes de hacer los ensayos, se debe calibrar el durómetro. El equipo está formado por una base donde se coloca la muestra a ensayar y un penetrador que incide perpendicular a la superficie de la pieza. El durómetro está conectado a un equipo donde se visualizan los resultados.



Fig. 54. Equipo para el ensayo de dureza.

Para obtener resultados más precisos se deben realizar sobre superficies pulidas del mismo modo que para el ensayo tribológico, ya que la rugosidad puede influir en el ensayo. En nuestro caso, se aprovechó la zona interior a las pistas de desgaste, que ya se encontraban pulidas y no se habían visto alteradas por dicho ensayo.

También hay que tener en cuenta que para materiales cerámicos no se produce endurecimiento por deformación como en el caso de los materiales metálicos [79], aunque se procuró no acercarse a los bordes y mantener un separación entre las huellas, del mismo modo que se intentó no realizar medidas en zonas con posibles imperfecciones como grietas, poros visibles, etc. Para la realización del ensayo se efectuaron 25 penetraciones y una vez obtenidos los resultados se hizo un estudio de fiabilidad mediante la distribución de Weibull.

7.8. MICROSCOPIA ÓPTICA

Para estudiar con más detalle las muestras, se observaron con un microscopio óptico Zeiss Axiovert 100 (Figura 55) con cuatro objetivos de 4x, 10x, 20x y 50x. El microscopio está equipado con una cámara adaptada Moticam 2300 3.0 M Pixel conectada a un ordenador donde las fotos son tratadas por el software MOTIC Image 2.0.

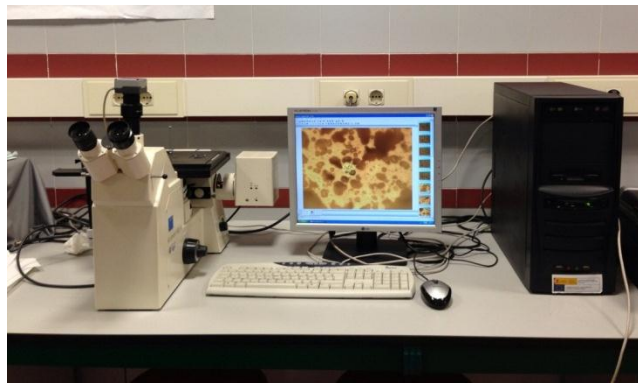


Fig. 55. Microscopio óptico.

Con la microscopía óptica se realizó un barrido de algunas de las pistas de desgaste, y se observaron las piezas antes y después del ensayo tribológico con el fin de detectar algún fenómeno inusual.

7.9. DETERMINACIÓN DE LA FIABILIDAD MEDIANTE LA DISTRIBUCIÓN DE WEIBULL: MÓDULO DE WEIBULL.

La dureza y el coeficiente de absorción acústica se utilizaron para evaluar la fiabilidad de los resultados obtenidos a partir de los materiales a través de la determinación de su módulo de Weibull. La distribución de Weibull es un tipo de distribución estadística que se aplica al estudio de la fiabilidad en datos relativos a las propiedades y vida útil de componentes y materiales. Se caracteriza por considerar la tasa de fallos variable o la variabilidad de una propiedad determinada, y es utilizada por su



gran flexibilidad al poder ajustarse a una gran variedad de funciones de fiabilidad de dispositivos o sistemas [80].

La función de distribución acumulativa de Weibull se obtiene por la integración de la función de densidad. El método se basa en el valor del parámetro de forma o módulo de Weibull.

$$\text{Función de densidad} \rightarrow F(x, \alpha, \beta) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^\alpha} \quad (3)$$

El parámetro “ β ” de la distribución de Weibull es un parámetro de escala y “ x ” es un parámetro de ubicación. Por último, el parámetro “ α ” es el que se conoce como parámetro de forma [81]. La función de densidad de la distribución de Weibull se puede convertir en una recta de la forma “ $y=mx+n$ ”, mediante el uso de unos estimadores, que en este proyecto son los siguientes:

$$F_{j1} = \frac{j}{(n+1)} \quad (4)$$

$$F_{j2} = \frac{(j-0,3)}{(n+0,4)} \quad (5)$$

$$F_{j3} = \frac{(j-0,5)}{n} \quad (6)$$

$$F_{j4} = \frac{(j-(3/8))}{(n+0,25)} \quad (7)$$

La utilización de estos estimadores es bastante óptima, como muestran los resultados que se han obtenido tras ser empleados en otras líneas de investigación [15, 22, 41, 42, 82].

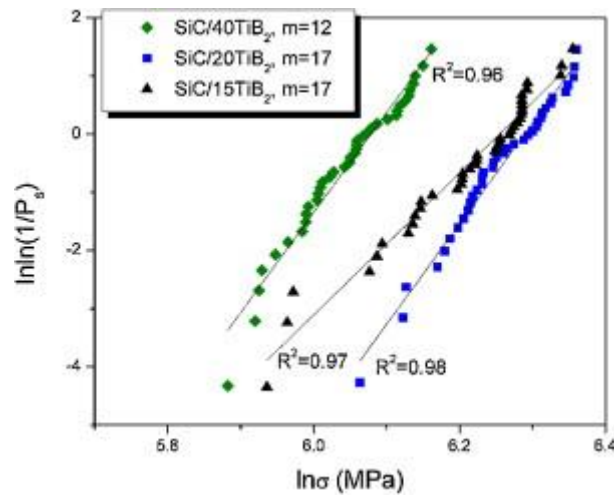


Fig. 56. Distribución de Weibull para materiales compuestos base SiC [83].

Un ejemplo de una distribución de Weibull se muestra en la Figura 56. Si se realiza un análisis de los valores que se obtienen, el coeficiente de correlación lineal se sitúa entre 0 y 1, cuanto más próximo sea el valor a uno, los datos se ajustarán mejor a la recta de su estimador. Respecto a la pendiente de las rectas, cuanto más elevada, los datos tomados serán menos dispersos. Mientras que si el valor de la pendiente es bajo, habrá gran variabilidad de datos.

7.10. FABRICACIÓN DE UNA PLACA CERÁMICA SUSCEPTIBLE DE SER EMPLEADA COMO REFRACTARIO

Una vez realizado todo el proceso experimental con lo referente a las piezas de paval y escoria de soldadura. Se decidió realizar una placa de paval de mayores dimensiones que las piezas empleadas para los distintos ensayos que son de 30 mm de diámetro, para que su función fuese la de actuar como refractario dentro del horno de sinterización. Como se puede observar en la Figura 57, la solera presenta el deterioro habitual de los hornos de sinterización. Además, otro objetivo era conseguir que la placa de paval no sufriese problemas de rotura o fractura tras su sinterización debido a sus grandes dimensiones como sucedió en otros estudios anteriores [15].



Fig. 57. Aspecto de la solera del horno.

Previamente a la explicación del proceso experimental para la realización de la misma, es importante indicar que se efectuó una mezcla de paval y escoria de soldadura o flux para que el punto de fusión fuese más bajo y de esta manera, conseguir que sinterizase a menor temperatura. Por lo tanto, la mezcla utilizada para la elaboración de la pieza fue PV90FL10, aprovechando la cantidad de fundente molido y tamizado sobrante de la realización de las piezas.

En primer lugar, se escogió el tipo molde más idóneo para su moldeo. Se tuvieron en cuenta una serie de factores con respecto a sus dimensiones. El molde debía tener dimensiones suficientemente considerables para ser utilizado como base de colocación de probetas en el momento de su sinterización en el horno. No obstante, existían limitaciones para que la placa resistiese sin agrietamientos su propia etapa de sinterizado. Las dimensiones del molde seleccionado fueron 160x110 milímetros (Figura 58).



Fig. 58. Molde elegido para la elaboración de la solera.

A continuación, se realizó la mezcla de paval con la escoria de soldadura mediante un recipiente lo bastante grande como para que contuviese en su interior la totalidad de la mezcla, y además, permitiese el libre movimiento de los polvos al agitarlo de manera energética.

Seguidamente, se procedió a realizar la mezcla del almidón con el agua destilada, ya que se utilizó la técnica de moldeo Starch de la misma manera que en anteriores ocasiones. Con la salvedad de que en este caso, el almidón se introdujo en el horno a la temperatura de 55-80°C aproximadamente durante un periodo de tiempo de 10 minutos debido a que algunos estudios mostraban que la mezcla era más homogénea y por ello, se obtenían mejores resultados durante el secado y posterior sinterizado [84, 85].



Fig. 59. Disolución de almidón/agua destilada (izq.); disolución dentro del horno (dcha.).

El siguiente paso fue el de elaborar una mezcla homogénea de los polvos con la disolución de almidón y agua, de la misma manera que para las piezas de geometría cilíndrica realizadas con anterioridad. Se utilizó una espátula y mediante una pipeta graduada se incorporó la mezcla de almidón a los polvos. La duración de esta etapa fue mayor que en ocasiones anteriores, debido a que es imprescindible una mezcla totalmente homogénea y las cantidades tanto de los polvos como de la disolución fueron muy superiores.

A continuación, se llenó el molde con la mezcla para poder proceder a introducirlo en el horno de secado durante 4 horas. Como se detalla a continuación en la Figura 60. Aunque pasadas las primeras 2 horas dentro del horno, se procedió al desmolde de la placa para conseguir que se secase homogéneamente.



Fig. 60. Proceso moldeo y secado de la mezcla.

Finalizada la etapa de secado, se observó con detenimiento el aspecto y manipulabilidad de la placa en verde, siendo ambas perfectamente óptimas. Por lo que se procedió a eliminar el almidón mediante una lija de grano medio en la medida de lo posible. Y seguidamente, se tomaron las medidas tanto de sus dimensiones como de su masa, con objeto de detallar los cambios producidos tras la sinterización.



Fig. 61. Lijado de la pieza en verde (izq.), pesado (centro) y colocación en el horno (dcha.).

Finalmente, se procedió a sinterizar la placa utilizando el mismo ciclo de sinterización que en procesos anteriores a la temperatura de 1300°C.



III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	68
8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	69
8.1. ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL	69
8.2. ESTUDIO DE SINTERABILIDAD	70
8.3. FABRICACIÓN DE UNA PLACA CERÁMICA SUSCEPTIBLE DE SER EMPLEADA COMO REFRACTARIO	77
8.4. COMPORTAMIENTO ACÚSTICO	79
8.5. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO	93
8.6. DUREZA	106
8.7. DETERMINACIÓN DE FIABILIDAD RESPECTO A LA DUREZA.....	107

8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se describen los resultados obtenidos en el análisis de las muestras fabricadas a partir de escoria procedente de la segunda fusión del aluminio y escoria de soldadura, tras realizar todos los pasos descritos en el proceso experimental. Las propiedades estudiadas han sido las referentes a la curva de sinterización, las propiedades acústicas, resistencia al desgaste y dureza.

Los resultados han sido comparados con los obtenidos en otras vías de investigación que se han realizado en el Laboratorio de Ciencia de Materiales de la Escuela Politécnica Superior de Zamora.

8.1. ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL

En primer lugar, hay que destacar que durante el tamizado de la escoria de soldadura se separaron las partículas ferromagnéticas que se encontraban en el flux. Las partículas fueron retiradas, y se calculó el porcentaje que se encontraba tras realizar cada tamizado. Esta operación se realizó a la vista de lo ocurrido en el estudio previo sobre escoria de soldadura [22], donde se observó que debido a la presencia de partículas de hierro se producían fenómenos indeseables de rechupe y coronas negras en las probetas (Figura 62).



Fig. 62. Probeta con fenómeno de rechupe [22].

En los resultados que se exponen en la Figura 63, se observa que en la primera pasada con el imán fue donde mayor porcentaje de partículas ferromagnéticas se separaron de la escoria de soldadura siendo hasta de un 30% del peso total. Pero en las sucesivas, el porcentaje fue cada vez menor hasta llegar a cero tras el undécimo tamizado. Esta diferencia es debida a la reutilización de la escoria de soldadura que debido a su tamaño, no ha pasado por el tamiz. Este sobrante, se volvió a moler en el molino de bolas y

tamizar con el fin de conseguir una escoria de soldadura con la menor cantidad posible de hierro.

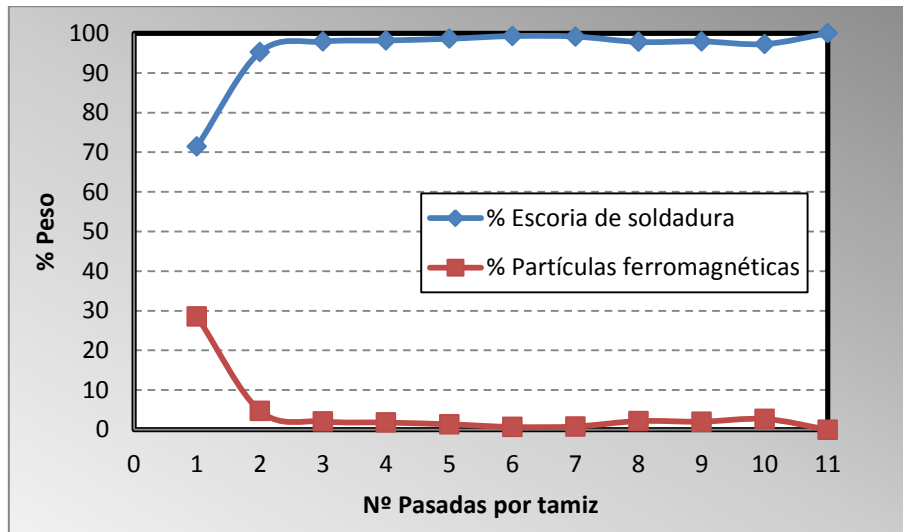


Fig. 63. Porcentaje en peso de partículas férricas separadas magnéticamente en cada pasada por tamiz $< 0,063 \text{ mm}</math>.$

En la Figura 64 se puede observar la diferencia de partículas férricas que se separó tras el primer tamizado y con el segundo.



Fig. 64. Partículas férricas separadas en el primer tamizado (izq.) y el segundo (dcha.).

8.2. ESTUDIO DE SINTERABILIDAD

Para realizar este estudio, es necesario conocer la densidad de las piezas tanto antes como después de la sinterización. Como ya se ha explicado en el proceso experimental, las piezas se consideraron cilindros perfectos por lo que se realizaron las medidas del diámetro, la altura y la masa para poder calcular su densidad. El proceso de obtención de las piezas es manual, por lo que es muy complicado conseguir dos piezas iguales, por ello los valores de las densidades no serán completamente uniformes, pero sí muy próximos.

Densidad en verde

Uno de los motivos por el que se realiza el cálculo de la densidad en verde es para poder compararla con la densidad de sinterizado y observar la variación que se produce al realizar la sinterización. Como ya se ha explicado, no se obtiene una densidad única para cada composición de las piezas realizadas, sino que fue necesario calcular la media de todas, exceptuando aquellas que tenían un valor muy alejado al resto que fueron desechadas.

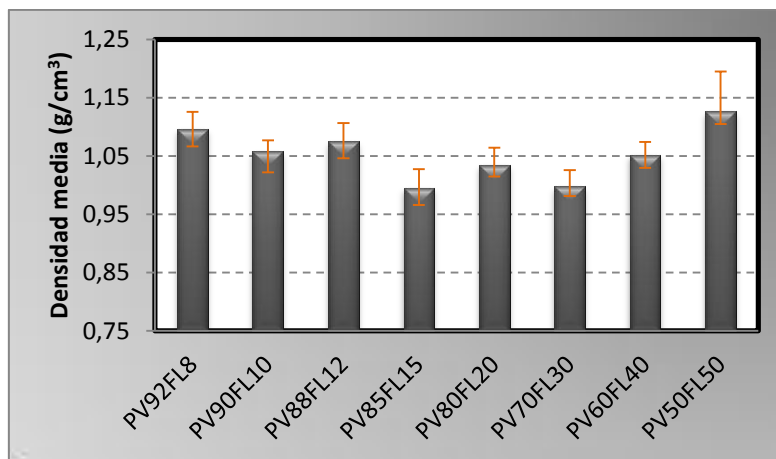


Fig. 65. Densidad en verde (media) de los materiales estudiados.

En la Figura 65, se pueden observar los valores medios de la densidad de cada una de las composiciones para las que hemos fabricado probetas. Se obtuvieron densidades en torno a 1,05 g/cm³, siendo la densidad más baja 0,995 g/cm³ para la composición formada por 85 % de paval y 15% de flux; mientras que la densidad mayor se obtiene para el 50% de ambos materiales, concretamente de 1,127 g/cm³. Esta diferencia de densidades, como ya se ha dicho, se entiende por tratarse de un procedimiento manual, aunque las desviaciones extremas se encuentran en torno a $\pm 0,03$ g/cm³, exceptuando el caso de las probetas de mayor contenido en escoria de soldadura que tienen una desviación mayor, que puede ser debida a un menor tiempo de amasado, dificultad en la mezcla de componentes en esa proporción y a la realización de un menor número de probetas.

Curva de sinterabilidad

Mediante el proceso de sinterización se mejoran las propiedades mecánicas de las piezas al aumentar la densidad, siendo éste el objetivo que se persigue. Para realizar la curva de sinterización de cada combinación, se introdujeron en el horno las piezas en verde entre las temperaturas de 1100°C y 1300°C, en incrementos de 50°C.



Fig. 66. Evolución de los materiales en función de la temperatura.

En la Figura 66 lo primero que llama la atención, es la variación de color que tienen las piezas, adquiriendo un color blanquecino en las temperaturas más bajas y en las piezas con menor contenido en escoria de soldadura. Según se va aumentando la temperatura de sinterizado, las piezas se oscurecen hasta llegar a un tono más marrón, aunque sólo las piezas que se metieron en el horno a 1300°C y de mayor contenido en flux, llegaron a tener una coloración totalmente marrón. Al igual que pasaba con el color, las piezas introducidas a menor temperatura y menor contenido en escoria de soldadura liberaban más polvo, aunque ya no había ninguna pieza que lo desprendiese a partir de la temperatura de 1200°C. Por un lado, se intuye que a estas temperaturas se ha podido producir oxidación de Al metálico (gris), que pueda tener el paval, además de la eliminación de algún componente a baja temperatura (CaF_2 o sales), blanqueando las piezas. A mayor temperatura, se produce la aparición de nuevas fases de coloración marrón, probablemente debido a las trazas de materiales férricos que pudiesen quedar en combinación con otros componentes de la mezcla. Esto es coherente ya que a 1100°C la pieza con mayor contenido en flux, adquiere una coloración amarillenta.

Otro aspecto que también se observa a simple vista, es la variación del tamaño. Debido a la sinterización las piezas se contraen, siendo uno de los motivos por el que se produce el aumento de la densidad. Prácticamente todas las piezas conservan su forma, pero no su tamaño, que según aumenta la temperatura de sinterización se va reduciendo.

Una vez calculados los valores de la densidad de cada una de las piezas tras introducirlas en el horno, se traza la curva de sinterabilidad para cada composición (Figuras 67 y 68).

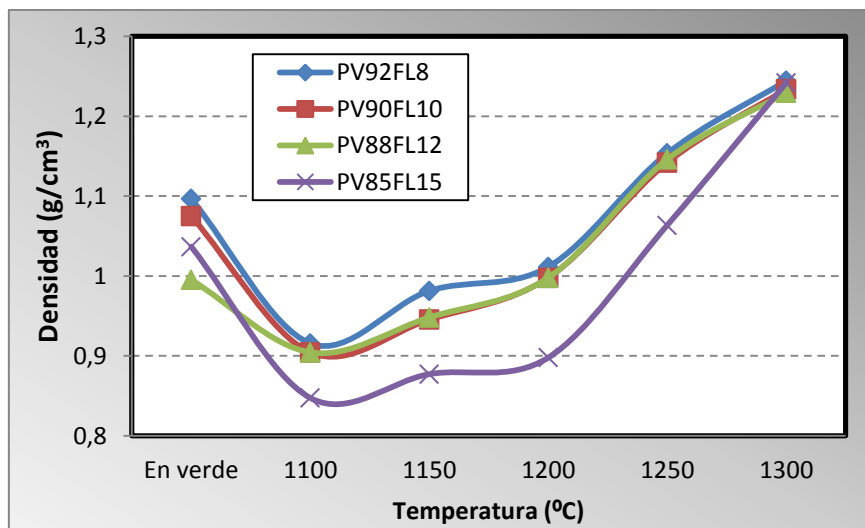


Fig. 67. Curva de sinterabilidad de las piezas con menor contenido en fundente.

En la Figura 67 se muestran las curvas de sinterización para la gama de menor contenido en flux, observándose un comportamiento prácticamente idéntico entre ellas. Esto se debe a que la diferencia de composiciones entre las muestras es muy pequeña.

Como se puede ver, a 1300°C no se consigue una densidad de sinterizado muy elevada, esto es debido a que el paval tiene un punto de fusión muy alto y tiene poco porcentaje de fundente que le ayude a sinterizar. Para trazar correctamente la curva sería necesario introducir más piezas a temperaturas superiores, pero esto no se pudo realizar debido a que el horno que se encuentra en el Laboratorio de Materiales en la Escuela Superior Politécnica de Zamora no alcanza temperaturas mayores. Por este motivo se optó a realizar piezas con mayor cantidad de fundente.

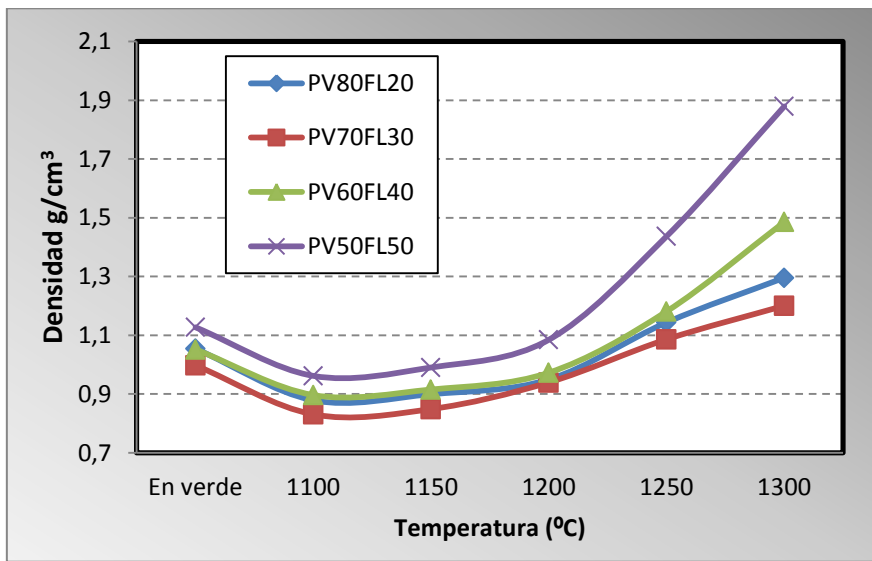


Fig. 68. Curva de sinterabilidad de las piezas con mayor contenido en fundente.

En la Figura 68 se observa como para estas composiciones sí se produce un mayor aumento en la densidad. La temperatura óptima de sinterización de las piezas es todavía superior a la temperatura de 1300°C, aunque para la composición de cincuenta por ciento en cada material se puede ver que se está muy próximo a su óptimo de sinterización, obteniéndose unas piezas mucho más resistentes que las de la gama de menor contenido en fundente. Al igual que sucedía en la Figura 67, se puede apreciar como en las temperaturas más bajas, la densidad de las piezas es inferior que la densidad en verde. Esto se debe a que las probetas todavía no han sinterizado y tan sólo se ha producido la eliminación del ligante y la formación de los cuellos de unión entre partículas, por lo que baja el peso de las muestras, provocando un descenso en la densidad.

Para poder comparar mejor las dos gamas de piezas se muestran las curvas de sinterabilidad en su conjunto (Figura 69).

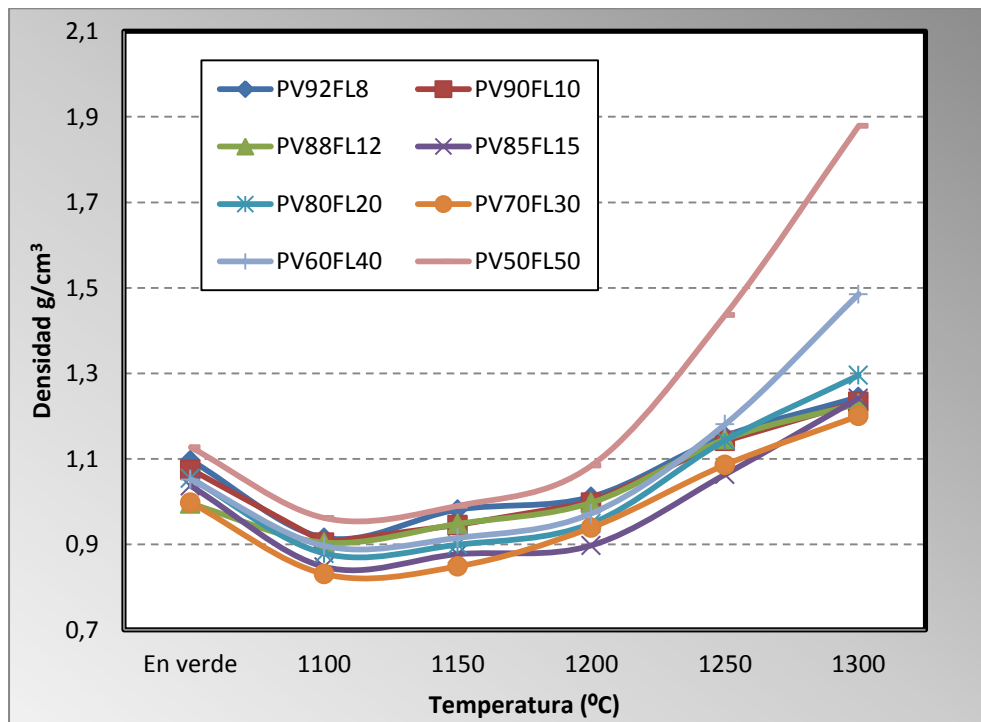


Fig. 69. Curvas de sinterabilidad.

En la Figura 69, se observa que el aumento de la densidad es más evidente para los valores con un 40% y 50% de adición de escoria o flux, mientras que los valores inferiores se encuentran todos en valores próximos de densidad.

Además de estudiar la sinterización a partir de la densidad, también se puede analizar mediante otra propiedad, como es el caso del volumen que se contraen las piezas tras sacarlas del horno de sinterización. Por ello se presenta la contracción volumétrica que han sufrido las probetas tras la operación de sinterizado (Figura 70).

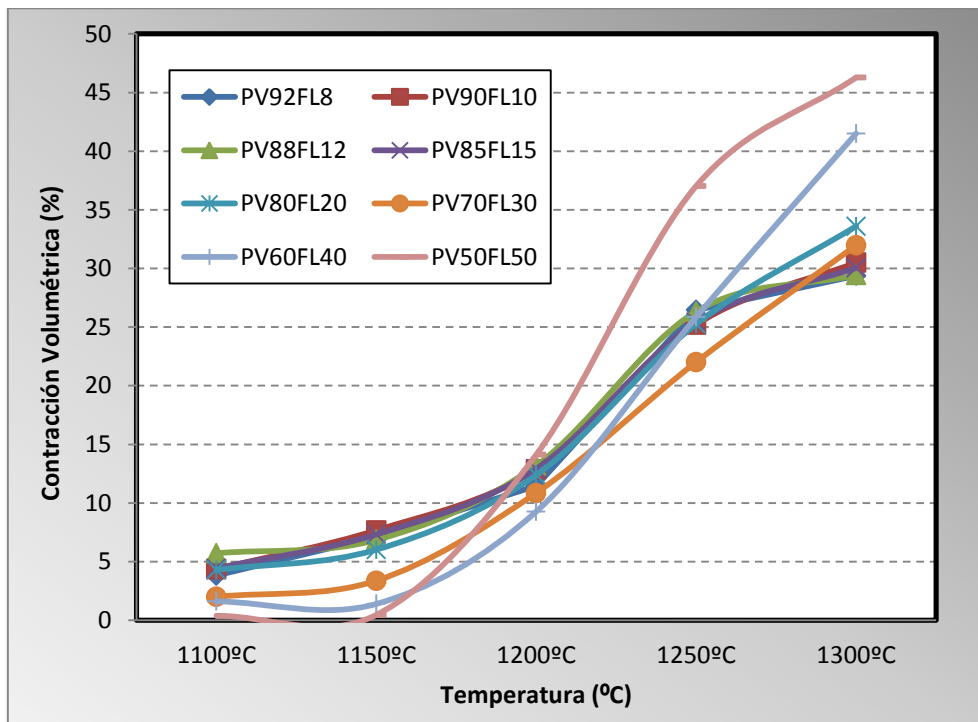


Fig. 70. Contracción volumétrica de las muestras.

Del mismo modo que sucedía con las curvas de sinterabilidad (Figura 69), se observa que la gama de menor contenido en fundente tiene un comportamiento muy similar. También, la serie de mayor composición de escoria de soldadura es la que más se contrae. Una vez alcanzada la temperatura de 1200°C, es cuando las muestras empiezan a tener una mayor contracción volumétrica, siendo la temperatura a partir de la cual empiezan a suceder los primeros fenómenos de sinterización.

El material con mayor contenido en fundente es la que más se contrae, llegando incluso a reducir su volumen a la mitad, aunque en las temperaturas de 1100°C y 1150°C apenas tiene variación de volumen. Por el contrario, como cabía esperar, la pieza con menor contenido en flux es la que menos volumen contrae.

Se observa en la Figura 71 lo explicado anteriormente, siendo a partir de 1200°C cuando se produce la mayor diferencia de volumen entre el material con 50% en flux con la que sólo tiene un 8% de escoria de soldadura.

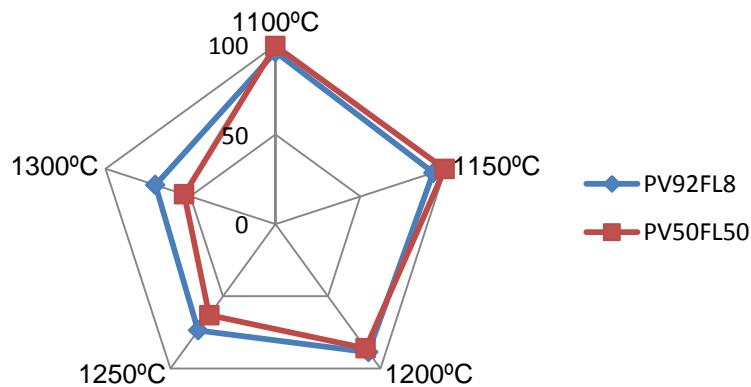


Fig. 71. Comparación de las contracciones volumétricas entre los materiales con mayor y menor contenido en flux.

La contracción volumétrica que se produce en los materiales sinterizados está ligada con la porosidad de las probetas. Por lo tanto, las piezas sinterizadas a mayor temperatura muestran menos poros que en las temperaturas inferiores. Esto se puede observar fácilmente visualizando las muestras con un microscopio óptico. En la Figura 72 se presentan las imágenes tomadas a 10x aumentos de la probeta 1250-PV60FL40 y 1300-PV60FL40, donde se aprecia claramente que la pieza sinterizada a 1250°C muestra un aspecto difuminado debido a la profundidad de los poros, mientras que en el otro material se observa una superficie con menor cantidad de poros.

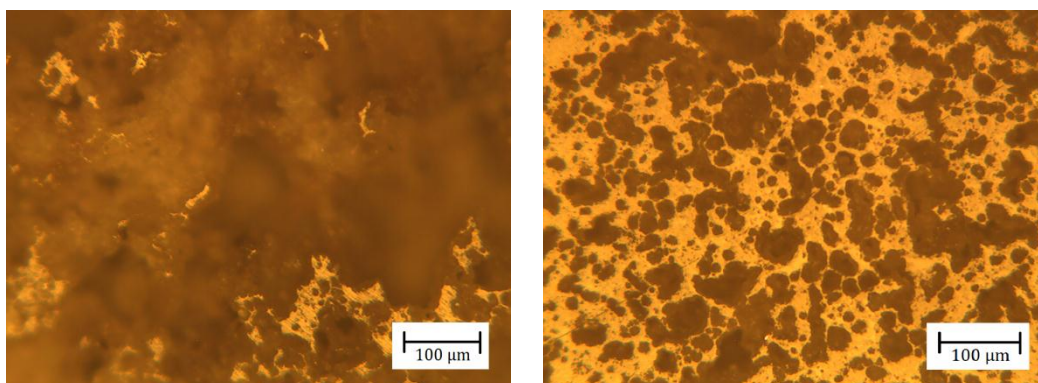


Fig. 72. Detalle de la pieza 1250-PV60FL40 (izq.) y 1300-PV60FL40 (dcha.).

8.3. FABRICACIÓN DE UNA PLACA CERÁMICA SUSCEPTIBLE DE SER EMPLEADA COMO REFRACTARIO

Durante el desarrollo del estudio de sinterabilidad se decidió, en función de los resultados obtenidos y teniendo como precedente el estudio realizado anteriormente sobre paval [15] fabricar una placa cerámica al ver que los resultados de adición de fundente influían positivamente sobre el comportamiento del paval para obtener piezas



manipulables y a la vez térmicamente resistentes. En este caso es conveniente no adicionar una gran cantidad de material debido a que lo interesante es que sirva como solera a elevada temperatura con lo cual el contenido de fundente debe estar limitado a la gama baja. En función de los resultados de sinterabilidad obtenidos se propuso el valor de 90% de paval por corresponder con una densidad baja pero aceptable y un valor bajo de fundente.

A continuación, se presentan los resultados de la placa fabricada para su uso como solera dentro del horno. Dicha pieza ya sinterizada se muestra en la Figura 73.



Fig. 73. Placa dentro del horno tras su sinterización.

A pesar de que examinando detalladamente la placa se apreció alguna pequeña grieta superficial (Figura 74), no dificultó que la pieza fuese manipulable (Figura 75) y tampoco fue impedimento para su posterior utilización como solera dentro del horno. Puesto que para su eliminación bastaría con realizar un desbaste y pulido de la misma.



Fig. 74. Placa con grieta superficial después de su sinterizado.



Fig. 75. Placa obtenida tras la sinterización. Se observa que es perfectamente manipulable.

Tabla 10. Medidas realizadas sobre la placa en verde y sinterizada.

Composición de la placa		Longitud (mm)	Anchura (mm)	Altura (mm)	Masa (g)
PV90FL10	En verde	150	100	7,45	126,05
	Sinterizado	140	97	7,00	103,09

En la Tabla 10 se muestran las medidas realizadas sobre la pieza antes y después de la sinterización. Se aprecia que se ha producido una importante reducción en sus dimensiones, lo que nos indica una contracción volumétrica del 15% y al mismo tiempo la esperada pérdida en peso debida a la eliminación de ligante y otros compuestos volátiles que pudiese tener el paval original. En base a estos datos, se determinaron de forma aproximada la densidad en verde y de sinterizado de la placa. La densidad en verde conseguida fue de $1,128 \text{ g/cm}^3$ mientras que la densidad de sinterizado estuvo en torno a $1,084 \text{ g/cm}^3$. Se puede apreciar que el resultado de la densidad de sinterizado es inferior a la que se obtuvo con la misma composición para las probetas cilíndricas ($1,234 \text{ g/cm}^3$). Este hecho, se explica debido a que se trata de una pieza con distinta geometría y dimensiones mayores, además existe un gradiente de temperatura de la periferia al centro y se tarda más tiempo en sinterizar la placa. Aun así, el factor más influyente es la forma de la placa, que impide su correcta medida con las herramientas disponibles.

8.4. *COMPORTAMIENTO ACÚSTICO*

Una vez fabricadas las probetas y analizado su aspecto, los materiales más idóneos como aislantes acústicos debido a su porosidad, fueron estudiados con respecto a su comportamiento acústico; y a los más resistentes se les realizó un estudio para conocer su comportamiento frente al desgaste.

De los resultados que se obtienen a la hora de realizar el ensayo acústico con el tubo de impedancia, se estudiará la absorción sonora que tienen los materiales en función de la frecuencia. Se obtendrá mayor coeficiente de absorción acústica en aquellas piezas que además de poseer gran porosidad, ésta sea superficial e interconectada.

Para cometer el menor error posible se realizaron tres ensayos por cada pieza y se calculó la media de los resultados obtenidos. Además, éstos se hicieron en diferentes condiciones al realizarse en días distintos. Una de las condiciones que se debe cumplir al realizar los ensayos es que las piezas no deben desprender polvo, por lo que se descartaron aquellas que se habían sinterizado a un temperatura igual o inferior a 1200°C, a excepción de la pieza que contiene un 50% en peso de fundente, que sí tenía una morfología más consistente.

Otra condición, es la necesidad de que las piezas poseyesen un tamaño adecuado para poder introducir las en el tubo de impedancia. Por ello, se descartaron tres piezas que no se podían ensayar debido a que su tamaño se había contraído demasiado. Añadir a esto que su porosidad se presuponía baja comparada con el resto de las piezas se alejaban menos de sus dimensiones originales.

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para cada uno de los especímenes empezando por la de menor temperatura y continuando según se aumenta el contenido de fundente.

Muestra 1200-PV50FL50

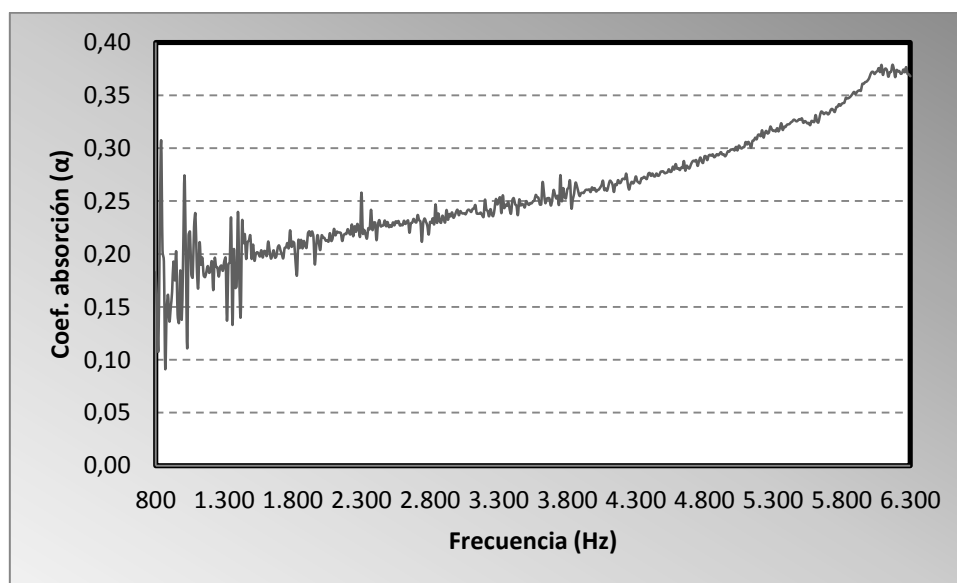


Fig. 76. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1200-PV50FL50.

En la Figura 76 se observa que el coeficiente de absorción aumenta progresivamente con la frecuencia hasta llegar a un máximo en 6000 Hz donde alcanza un coeficiente de absorción de 0,37. Mientras que el coeficiente de absorción medio tiene un valor de 0,259.

Al principio se aprecian grandes fluctuaciones debido a que a esas frecuencias, el tubo de impedancia se está ajustando. A partir de 1500 Hz se estabiliza con un valor aproximado de $\alpha=0,20$.

Muestra 1250-PV92FL8

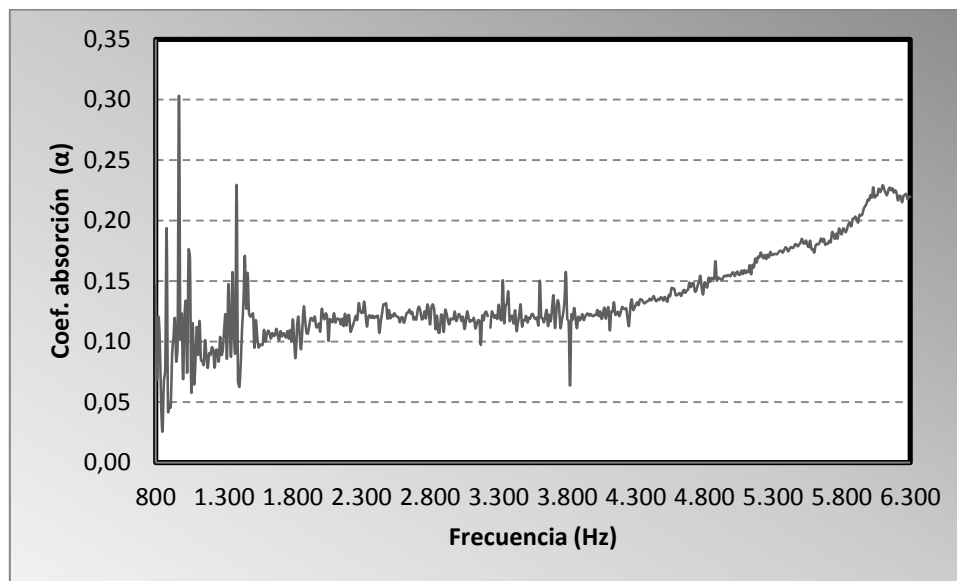


Fig. 77. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV92FL8.

Se trata de la pieza con menor contenido en fundente y sinterizada a menor temperatura de las que se han estudiado en este proyecto. Mediante la observación de la Figura 77, se puede apreciar que el coeficiente de absorción lineal es estable entre las frecuencias 1800 Hz y 4000 Hz con un valor aproximado de 0,12 a diferencia de lo que ocurría para la muestra 1200-PV50FL50. A continuación de dicho rellano los valores crecen progresivamente hasta alcanzar un coeficiente de absorción de 0,22 como máximo. En este caso, el coeficiente de absorción medio es de 0,13. De igual manera que en la pieza anterior, los valores de α no se estabilizan hasta aproximadamente la frecuencia de 1500 Hz.

Muestra 1250-PV90FL10

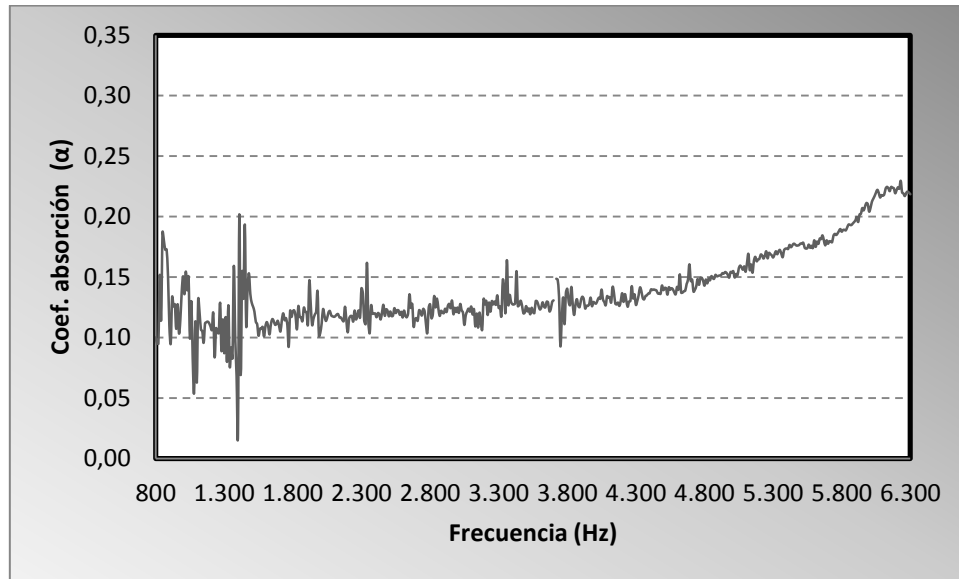


Fig. 78. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV90FL10.

En la Figura 78, se observa que la muestra tiene un comportamiento muy parecido a la pieza anterior, con un tramo lineal entre las frecuencias 1800 Hz y 4000 Hz, que adquiere un valor de $\alpha=0,12$. Respecto al valor del coeficiente de absorción lineal medio, en este caso se sitúa en 0,14 y el valor máximo se alcanza en la frecuencia 6000 Hz siendo de 0,22. Determinándose de este modo que los valores son similares a los de la muestra 1250-PV98FL2, debido a que la adición de fundente es muy baja.

Muestra 1250-PV88FL12

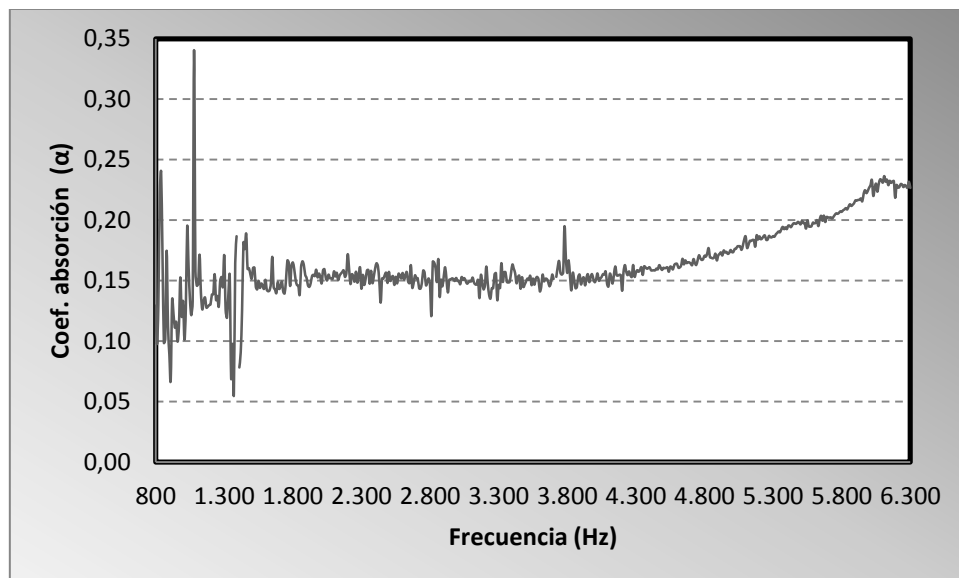


Fig. 79. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV88FL12.

Para esta pieza (Figura 79), el coeficiente de absorción lineal se estabiliza con un valor de 0,15. A partir de la frecuencia de 4000 Hz, el coeficiente crece paulatinamente hasta un único máximo que se alcanza en la frecuencia 6000 Hz con un valor de $\alpha=0,23$. Mientras que el valor del coeficiente de absorción lineal medio es de 0,16.

Muestra 1250-PV85FL15

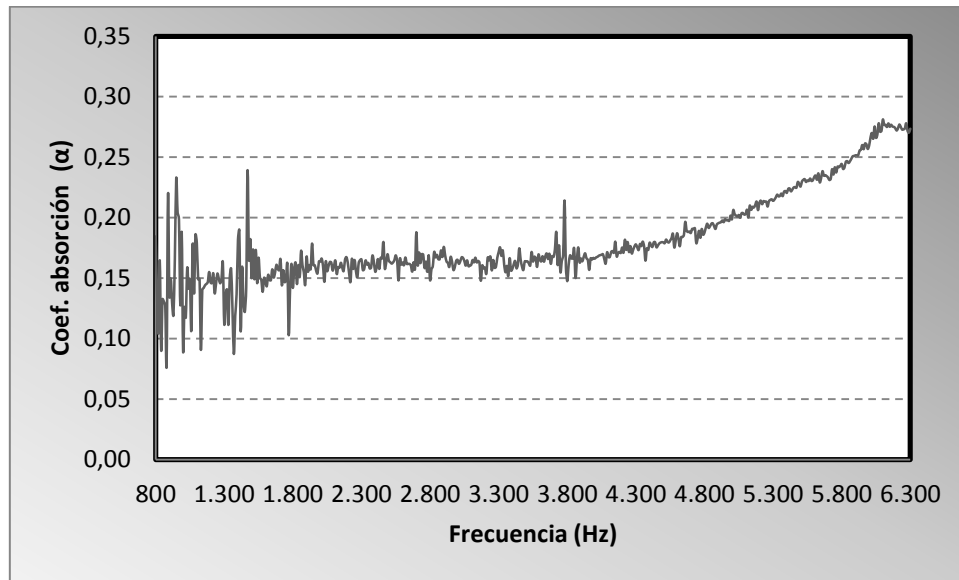


Fig. 80. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV85FL15.

Los resultados que se muestran en la Figura 80, corresponden a la muestra 1250-PV85FL15 que adquiere valores ligeramente superiores a los de la pieza anterior, con un coeficiente de absorción lineal medio de 0,18. El valor máximo de α se encuentra para la frecuencia de 6100 Hz, con un valor de 0,28. Y la meseta se registra en un valor aproximado de 0,16.

Muestra 1250-PV80FL20

Esta probeta tiene un comportamiento distinto al de piezas analizadas anteriormente. En este caso, en la Figura 81 no se aprecia una meseta en las frecuencias más bajas, sino que se puede observar un máximo aproximadamente a 1800 Hz, siendo α algo inferior a 0,25. Tras alcanzar este máximo, el coeficiente de absorción desciende hasta 0,20. Una vez que alcanza este valor, la pieza vuelve a tener un comportamiento similar al resto llegando a un valor de 0,25. El valor medio del coeficiente de absorción lineal es 0,22.

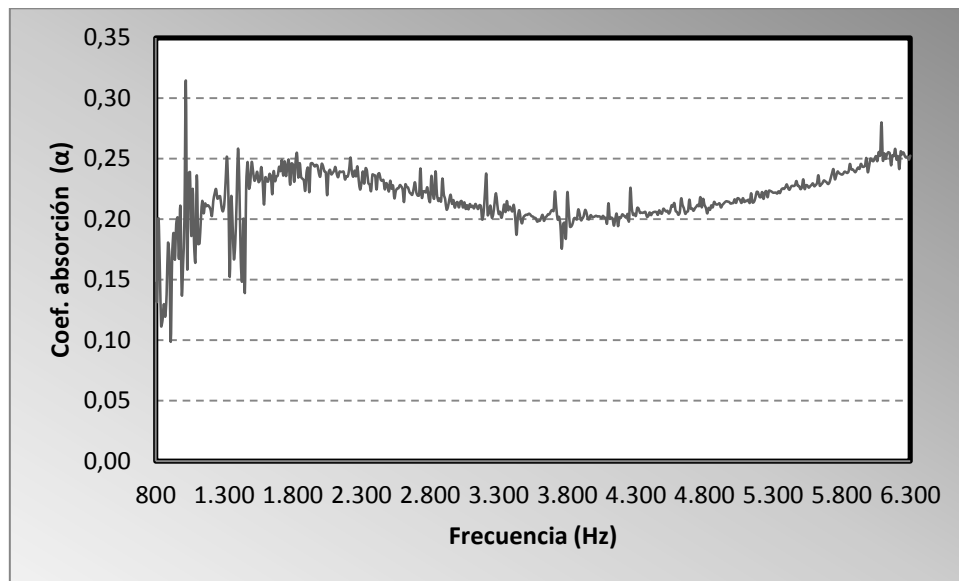


Fig. 81. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV80FL20.

En resumen, la pieza tiene mejor absorción para frecuencias bajas, pero un máximo en el coeficiente de absorción inferior que las piezas anteriores.

Muestra 1250-PV70FL30

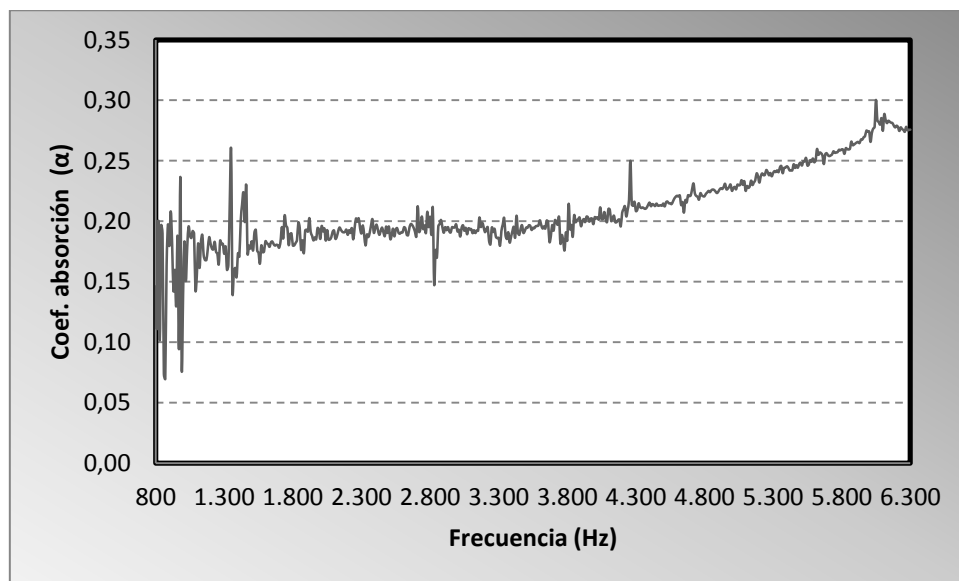


Fig. 82. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV70FL30.

En la Figura 82, se observa que la pieza vuelve a mostrar un comportamiento más típico, en el que el coeficiente de absorción se estabiliza aproximadamente en 0,19 a una frecuencia de 1800 Hz. Posteriormente, crece desde la frecuencia de 4000 Hz hasta 6100 Hz donde se encuentra el máximo que tiene un valor de 0,28. El coeficiente de absorción lineal medio es de 0,21. A las vista de estos resultados se pueden sacar las primeras

conclusiones, en las que se determina que según ha aumentado el contenido de escoria de soldadura se mejora el comportamiento acústico en las temperaturas y composiciones estudiadas.

Muestra 1250-PV60FL40

La Figura 83 presenta un comportamiento como el de la muestra 1250-PV80FL20, con la diferencia de que el máximo que se encuentra en las frecuencias más bajas es superior al de las frecuencias mayores, al tener un valor de 0,36 mientras que el otro es de 0,29. El mínimo que se sitúa entre los dos máximos tiene un valor de 0,25 aproximadamente. Y el coeficiente de absorción medio es de 0,29.

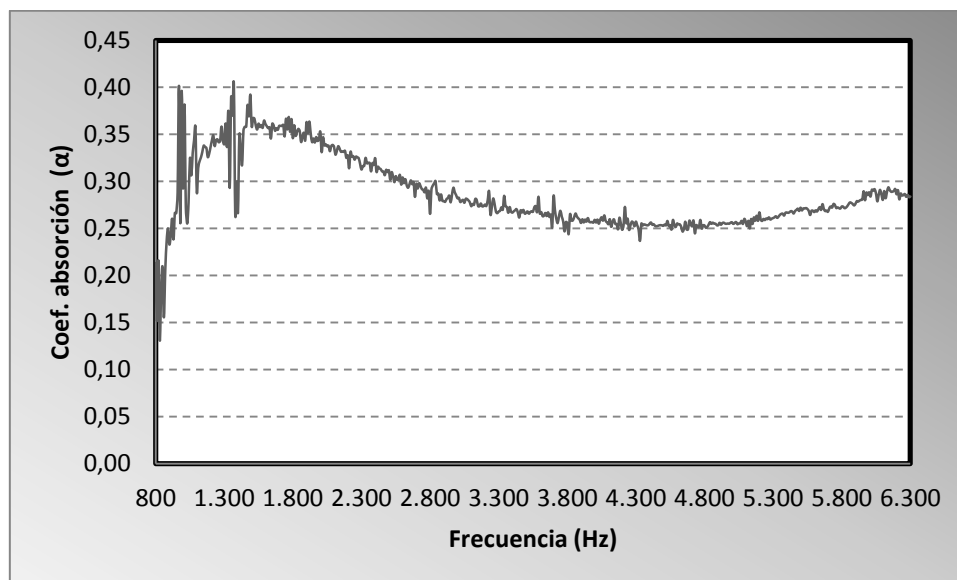


Fig. 83. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1250-PV60FL40.

Para esta temperatura, no fue posible realizar ensayos acústicos a la pieza 1250-PV50FL50 debido a que sus dimensiones eran muy reducidas por la contracción volumétrica que había experimentado y porque no se ajustaba bien al portamuestras del tubo de impedancia. Por otro lado, se presuponía un valor de porosidad bajo debido a su densificación.

Comparación de los resultados:

A continuación y a modo de resumen de todos los resultados expuestos anteriormente, se añade una comparativa (Figura 84) de todas las piezas sinterizadas a la temperatura de 1250°C, representándose el coeficiente de absorción lineal máximo, medio

y el valor en el que se estabiliza en las frecuencias entre 1800 Hz y 4000 Hz, para cada uno de los materiales ensayados.

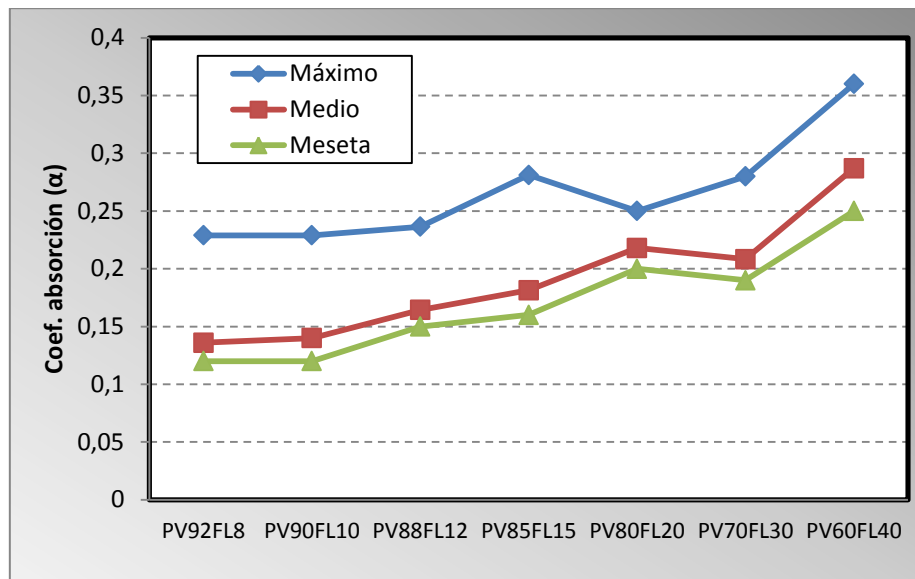


Fig. 84. Comparación de los coeficientes de absorción lineal de las piezas sinterizadas a 1250°C.

Como se puede ver en la Figura 84, el comportamiento acústico de las probetas mejora según aumenta el contenido de fundente. Las piezas tienen un coeficiente de absorción máximo alrededor de 0,25; aunque para la muestra 1250-PV60FL40 adquiere un valor superior a 0,35; debido a que posee un comportamiento distinto al resto.

En cuanto al coeficiente de absorción medio de las piezas, también aumenta con mayor cantidad de escoria de soldadura desde el valor de 0,14 hasta 0,29 para la pieza con menor contenido en paval. El coeficiente de absorción con el que se estabilizan entre las frecuencias de 1800 Hz y 4000 Hz tiene un comportamiento similar al coeficiente de absorción medio siendo ligeramente inferior.

Todos estos resultados están dentro del rango esperado, si son comparados con los que se han obtenido en el estudio previo sobre el comportamiento acústico de una muestra compuesta de paval en su totalidad [15]. En dicho estudio se obtuvo un valor del coeficiente de absorción máximo de 0,29 y un valor medio de 0,16. En resumen, las piezas fabricadas con adición de escoria de soldadura tienen un comportamiento acústico similar, pero con mejores propiedades mecánicas.

Muestra 1300-PV92FL8

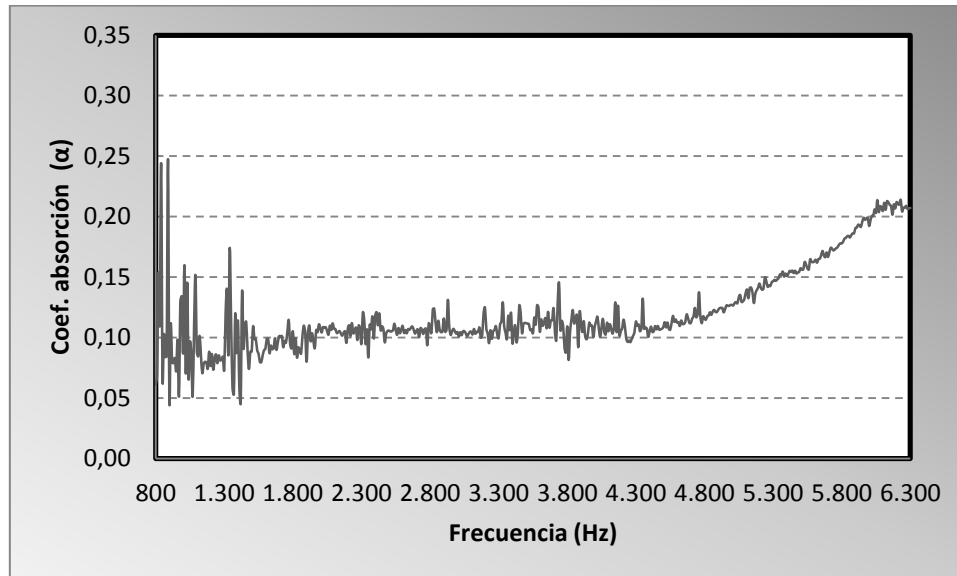


Fig. 85. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1300-PV92FL8.

Para las frecuencias más bajas se observa en la Figura 85, que el tubo de impedancia está ajustando valores y por eso se contemplan grandes fluctuaciones. Según aumenta la frecuencia, la pieza tiene un comportamiento acústico muy análogo a las muestras sinterizadas a 1250°C, con un valor de 0,11 hasta los 4300 Hz, frecuencia a partir de la cual, el coeficiente acústico crece hasta registrar un valor máximo de 0,21 con una frecuencia de 6200 Hz. El coeficiente de absorción lineal medio tiene un valor de 0,12. Al aumentar la temperatura de sinterización, las piezas adquieren menos porosidad por lo que se espera un peor comportamiento acústico.

Muestra 1300-PV90FL10

En la Figura 86 se observa una mayor dispersión en los resultados obtenidos durante el ensayo. Incluso a la frecuencia de 3800 Hz, el tubo de impedancia registró un valor negativo, que fue eliminado al no ser coherente, esto se debe a que el tubo no es capaz de mostrar en la gráfica que la reflexión ha variado. El coeficiente de absorción lineal medio tiene un valor de 0,13; mientras que el máximo se encuentra a 6100 Hz con un valor de 0,22.

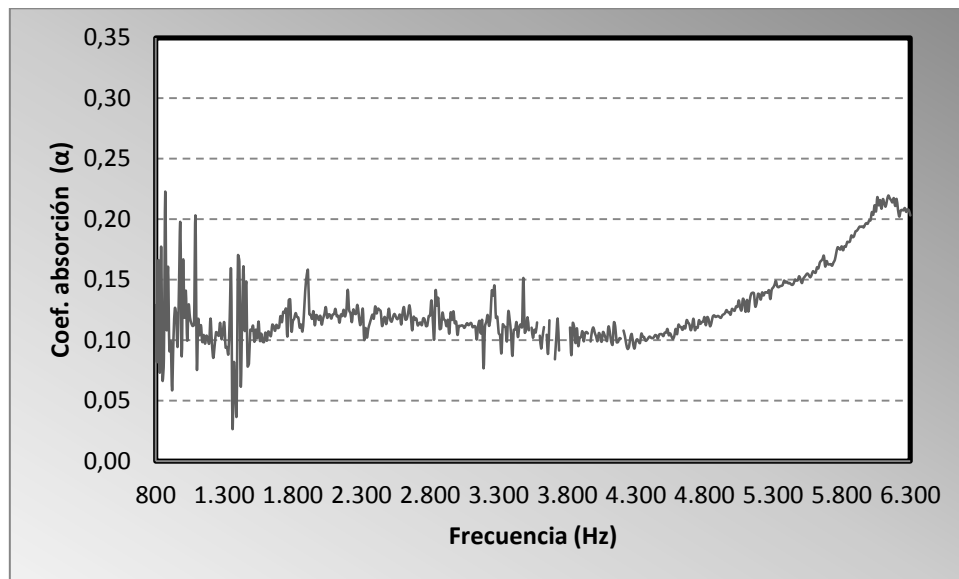


Fig. 86. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1300-PV90FL10.

Muestra 1300-PV88FL12

Esta pieza tiene un comportamiento típico al de las muestras con mayor contenido de paval, las cuales tienen una meseta, con un valor en este caso de 0,11 hasta la frecuencia de 4300 Hz, y luego crece hasta un máximo situado a la frecuencia de 6100 Hz con un valor de 0,21. El coeficiente de absorción lineal medio para esta muestra es de 0,13.

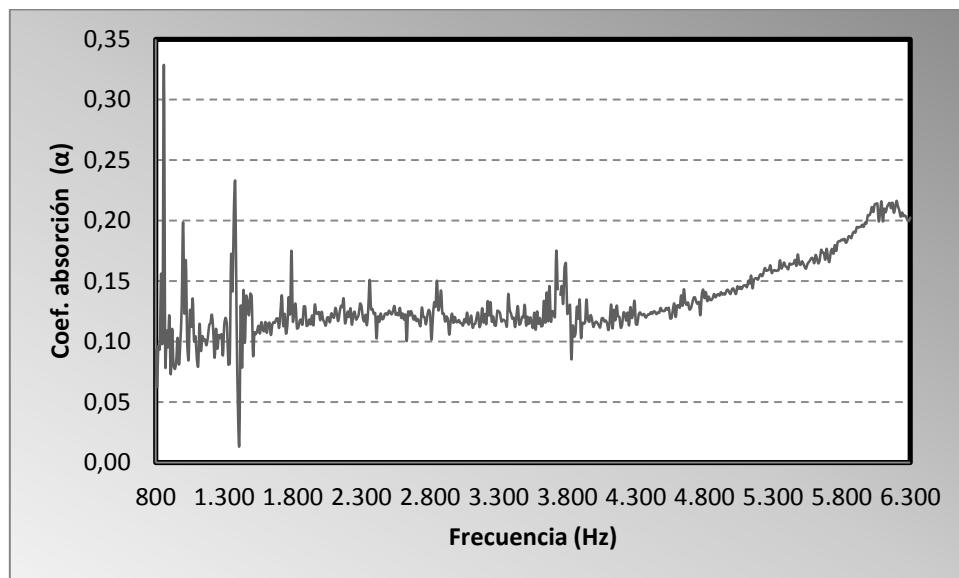


Fig. 87. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1300-PV88FL12.

Muestra 1300-PV85FL15

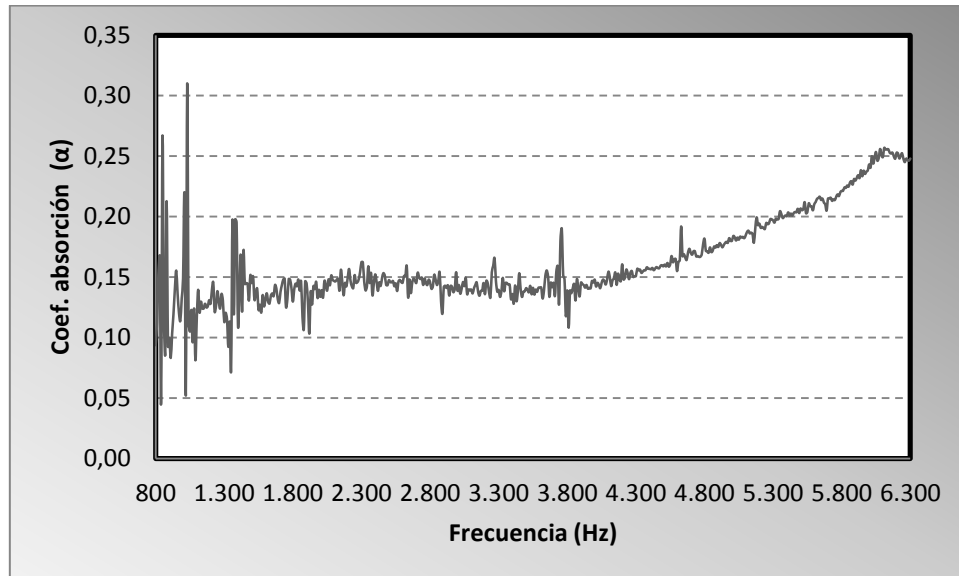


Fig. 88. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1300-PV85FL15.

El material presenta un máximo de absorción de 0,26 que se consigue con la frecuencia 6100 Hz, tras permanecer estable en las frecuencias más bajas con un valor ligeramente inferior a 0,15. Se calculó un valor medio para el coeficiente de absorción lineal igual a 0,16. De la misma forma que sucedía con las muestras sinterizadas a 1250°C, según va aumentando el contenido de escoria de soldadura, las probetas presentan mejor comportamiento acústico.

Muestra 1300-PV80FL20

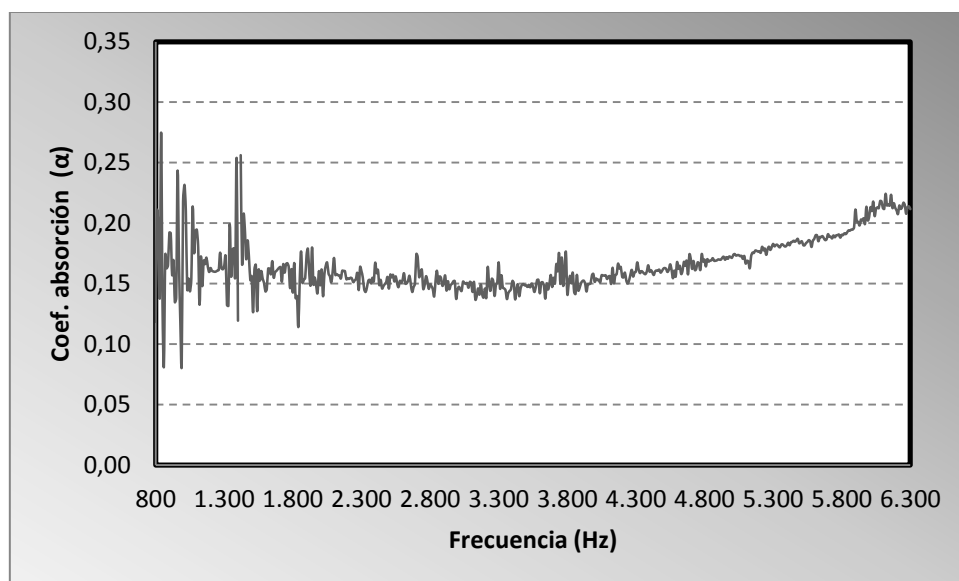


Fig. 89. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1300-PV80FL20.

Al igual que en todas las muestras, en la Figura 89 se presentan altibajos en las frecuencias más bajas hasta que el tubo de impedancia se consigue estabilizar con un valor de $\alpha=0,15$. El valor más alto del coeficiente de absorción lineal, exceptuando las fluctuaciones en las frecuencias inferiores es de 0,22. El coeficiente de absorción medio tiene un valor de 0,17.

Muestra 1300-PV70FL30

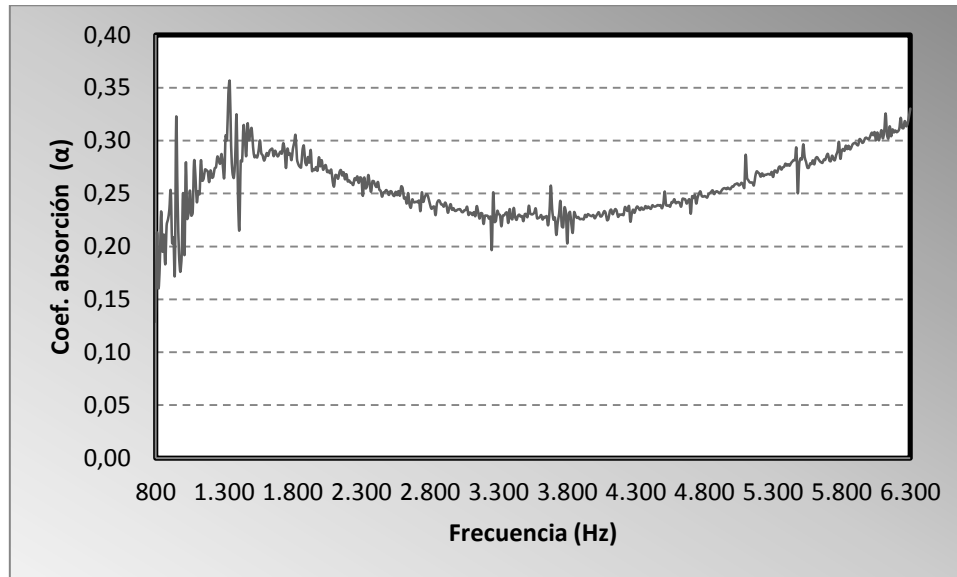


Fig. 90. Coeficiente de absorción lineal (α) Muestra 1300-PV70FL30.

La gráfica de la Figura 90, tiene un comportamiento acústico parecido al de las probetas 1250-PV85FL15 y 1250-PV60FL40, en el que se encuentran dos máximos, que tienen valores semejantes, en torno a 0,33. Entre los dos máximos se encuentra un mínimo con el valor de 0,23. El coeficiente de absorción medio es de 0,26.

Al igual que sucedía para la temperatura de 1250°C, no se pudieron realizar ensayos acústicos a las piezas 1300-PV50FL50 y 1300-PV60FL40, por no ajustarse al portamuestras debido a la contracción volumétrica sufrida durante la sinterización, pero de igual forma se suponía una baja porosidad. En estas muestras con mayor densificación se realizó un pequeño estudio tribológico.

Comparación de los resultados:

A continuación, se representan los resultados del coeficiente de absorción lineal máximo, medio y el valor en el que se estabiliza en las frecuencias entre 1800 Hz y 4000

Hz, para cada una de las piezas ensayadas que habían sinterizado a la temperatura de 1300°C.

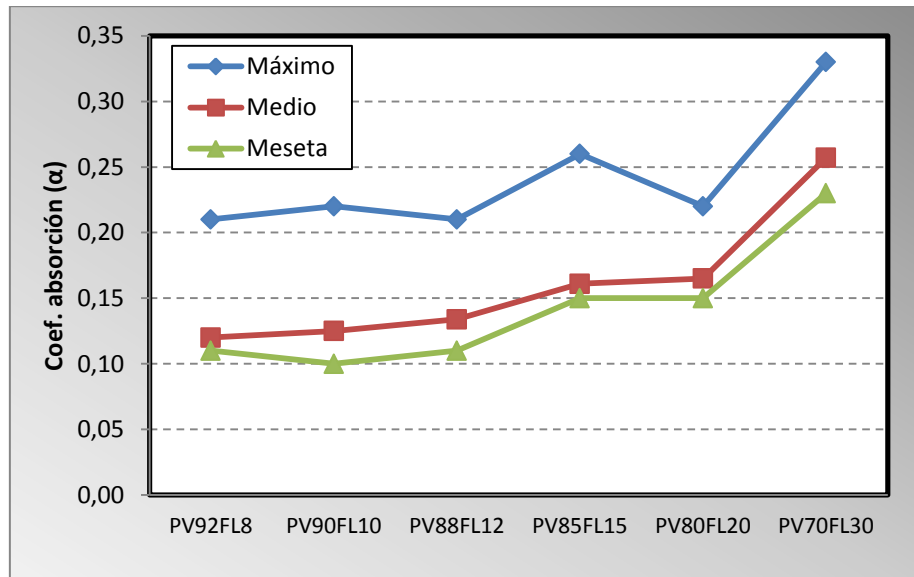


Fig. 91. Comparación de los coeficientes de absorción lineal de las piezas sinterizadas a 1300°C.

Lo primero que se observa en la Figura 91, es un comportamiento similar al de las piezas sinterizadas a 1250°C. Aunque los valores son ligeramente inferiores, como era de esperar, al tratarse de piezas que han sinterizado a una temperatura mayor, tienen menor cantidad de poros, empeorándose el comportamiento acústico y su coeficiente de absorción lineal.

El coeficiente de absorción medio aumenta desde 0,12 hasta 0,25 para la pieza 1300-PV70FL30. Respecto al valor máximo del coeficiente de absorción lineal se registra para la pieza 1300-PV70FL30 un valor de 0,33.

Si comparamos los resultados (Figura 92) con los obtenidos en otras líneas de investigación para distintos materiales [40], el coeficiente de absorción lineal del presente proyecto se sitúa en valores superiores a los obtenidos para el material fabricado a partir de residuos de ladrillo que sólo alcanza el valor de 0,18. Si además se realiza una comparativa del material fabricado en su totalidad de paval [15] y el material 1200-PV50FL50, que es con el que mejores resultados en cuanto al comportamiento acústico se ha obtenido en este proyecto, se observa que se alcanzan mayores coeficientes de absorción lineal en todo el rango de frecuencias. En conclusión, se ha obtenido un material con mejor comportamiento acústico que el ladrillo convencional y que el material 100% de paval.

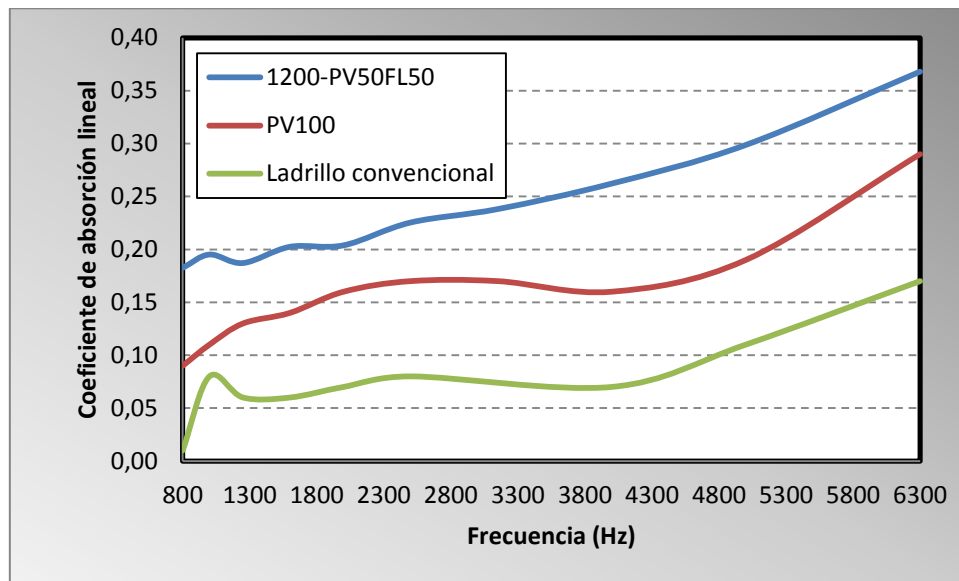


Fig. 92. Comparación de los coeficientes de absorción lineal entre distintos materiales.

Determinación de fiabilidad respecto al coeficiente de absorción lineal

Como se ha dicho anteriormente el módulo de Weibull permite determinar la variabilidad de una propiedad, y conocer si su comportamiento para una determinada aplicación es fiable. A partir de los datos acústicos obtenidos se puede estudiar la fiabilidad de un material empleando la distribución de Weibull, o dicho de otra forma, si un material acústico podría ser fiable cuando se pone en servicio.

Para su aplicación es necesario comparar como mínimo veinte resultados. Debido a que no se podían realizar esa cantidad de ensayos para todas las muestras, se escogió la pieza con la que se había obtenido mayor coeficiente de absorción lineal, que fue la probeta 1200-PV50FL50. Se efectuaron veinte ensayos en el tubo de impedancia y a partir de éstos, se seleccionó el valor del coeficiente de absorción lineal más alto de cada uno de ellos y se compararon los veinte resultados.

Como se explicó anteriormente, la función de densidad de la distribución de Weibull se puede convertir en una recta de la forma "y=mx+n". Los estimadores utilizados fueron

los siguientes: $F_{j1} = \frac{j}{(n+1)}$ (4), $F_{j2} = \frac{(j-0,3)}{(n+0,4)}$ (5), $F_{j3} = \frac{(j-0,5)}{n}$ (6), $F_{j4} = \frac{(j-(3/8))}{(n+0,25)}$ (7)

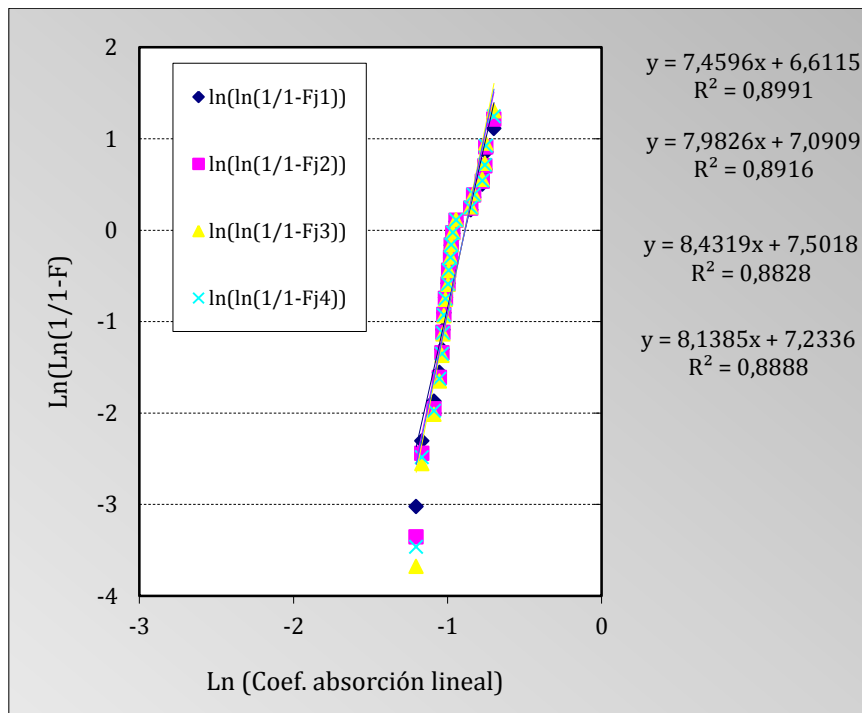


Fig. 93. Distribución de Weibull para la absorción acústica del material 1200-PV50FL50.

En la Figura 93 se presentan los estimadores de Weibull, con su correspondiente ecuación. Debajo de cada una, se muestra el coeficiente de correlación de cada recta, cuyo valor máximo alcanzable es uno. En este caso, nos encontramos con un valor de "R²" para los estimadores cercanos a 0,90, muy cercano al valor máximo por lo que se puede decir que se adapta de forma aceptable.

Mediante un análisis del valor de la pendiente que se ha obtenido para los estimadores, se observa un valor máximo de 8,43 y un mínimo de 7,46, lo que significa que los resultados tienen pequeña variabilidad, ya que cuanto mayor sea la pendiente menor será la dispersión de los datos. Como conclusión, se puede considerar que el material presenta una fiabilidad adecuada para aplicaciones acústicas.

8.5. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO

A continuación, se muestran los resultados obtenidos en los diferentes ensayos tribológicos. Estos resultados están influenciados por otras propiedades como son la densidad y la dureza, por ello, sólo se pudo realizar este ensayo para las piezas 1300-PV50FL50, 1300-PV60FL40, 1250-PV50FL50 y 1250-PV60FL40. Estos materiales tienen una densidad superior a 1,4 g/cm³, excepto la de 1250-PV60FL40 que era algo inferior.

Para el estudio del comportamiento tribológico de las probetas, se ha realizado un análisis macroscópico de la pista de desgaste y un análisis microscópico antes y después

de efectuar el ensayo. Además, se han obtenido los valores de los coeficientes de fricción y variación de la temperatura de las piezas y se han calculado los coeficientes de desgaste, con la fórmula [59, 63]:

$$K \left(\text{mm}^3 / \text{N} \cdot \text{m} \right) = \frac{\text{masa perdida (g)}}{\text{densidad} \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) \times \text{carga (N)} \times \text{distancia (m)}} \times 1000 \quad (1)$$

8.5.1. CONDICIONES DE LOS ENSAYOS

Las condiciones en las que se realizaron los cuatro ensayos fueron: 0,2m/s, 720 metros de distancia recorrida y 5 N de carga. El resto de condiciones que la norma establece como necesarias para considerar el ensayo válido se muestran en la Tabla 8 de este texto (ver. Procedimiento Experimental). En la Tabla 11 se exponen las condiciones ambientales durante los ensayos realizados, exceptuando los correspondientes a la probeta 1250-PV60FL40, ya que el ensayo no se pudo finalizar por la rotura de la misma.

Tabla 11. Condiciones del ensayo tribológico.

Muestra	Temperatura (°C)			Humedad relativa (%)		
	Inicial	Intermedia	Final	Inicial	Intermedia	Final
1300-PV50FL50	25,1	25,4	26,1	23	23	22
1300-PV60FL40	23,7	24,3	25,2	24	23	23
1250-PV50FL50	25,9	26,5	27,1	26	25	24

En todos los ensayos se puede observar que hay un aumento de aproximadamente 1°C en el interior de la urna. Esto se debe a que existe un foco de calor provocado por la fricción del material cerámico y el pin durante el ensayo. Aunque este foco de calor sea pequeño, es capaz de incrementar la temperatura dentro de la urna. Además de este fenómeno, se observa que la humedad también desciende durante el ensayo, provocado de igual forma, por este aumento de la temperatura.

8.5.2. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS

El material 1300-PV50FL50 es el que presentaba la mayor densidad. Antes de realizar el ensayo, la superficie de la pieza fue acondicionada para que la rugosidad no tuviese influencia en los resultados, como ya se explicó durante el procedimiento experimental.

En la Figura 94, se muestran los resultados obtenidos durante el ensayo. En el eje horizontal se representa la distancia en metros recorrida por el pin durante el ensayo, mientras que en el eje vertical izquierdo se muestra el incremento de Temperatura (°C), que se produce en la pieza por la fricción. Por último, en el eje vertical de la derecha se observa el coeficiente de fricción de la probeta.

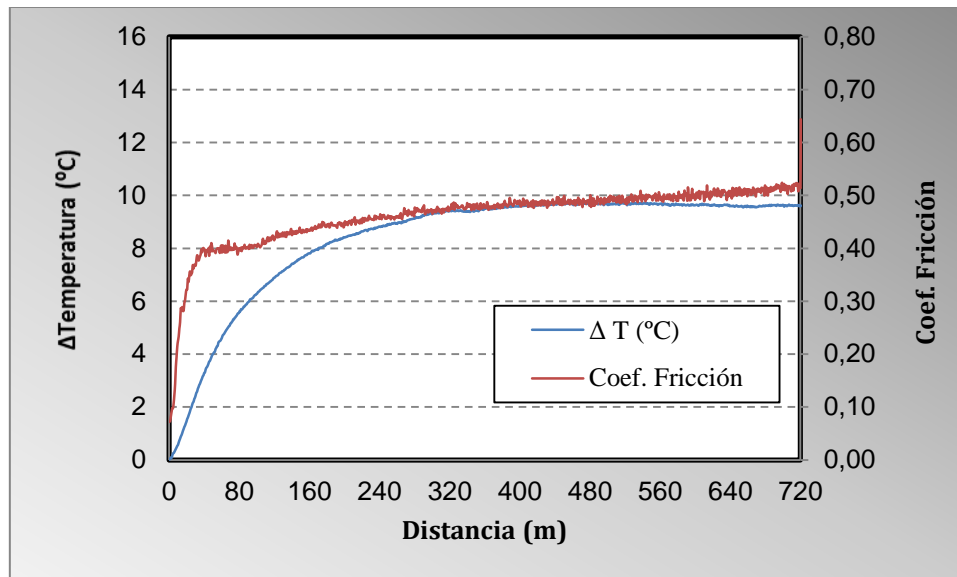


Fig. 94. Coeficiente de fricción y variación de la temperatura de la muestra 1300-PV50FL50.

Desde el principio la probeta 1300-PV50FL50 está sometida a un régimen abrasivo, con un coeficiente de fricción de 0,4 en los primeros cien metros de recorrido. A partir de esta distancia, se observa un incremento de la fricción debido a que existe arrancamiento de partículas de la pista de desgaste y deposición metálica procedente del pin, al tratarse de un comportamiento abrasivo-adhesivo. El coeficiente de fricción llega a un máximo de 0,51. En el gráfico se observa la formación de microsoldaduras que se identifican con las fluctuaciones que tiene la curva que representa el coeficiente de desgaste. El coeficiente de fricción medio de la pieza es de 0,46.

Respecto a la temperatura se observa que aumenta hasta casi 10°C durante el régimen abrasivo y se mantiene estable en el régimen abrasivo-adhesivo.

El valor del coeficiente de desgaste de la pieza es $K= 3,65 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, mientras que el coeficiente de desgaste del pin es $K= 2,49 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. En los dos casos, se producen pérdidas de material tanto en la pieza como en el pin. Pero al existir deposición metálica sobre la pista de desgaste del material cerámico se estaría midiendo un coeficiente de desgaste “aparente” menor que el real, ya que se deposita material metálico del pin pero también se han producido pérdidas de material arrancado durante el ensayo.

Esto es debido a que el par tribológico muestra un mecanismo de desgaste abrasivo-adhesivo, con una componente adhesiva importante. La norma ASTM [75] dice que la medida gravimétrica no se suele emplear para medir sistemas con adhesión salvo en el supuesto de comparar materiales semejantes, caso que nos ocupa.

En la Figura 95 se muestra la pista de desgaste que dejó el pin en la probeta ensayada.

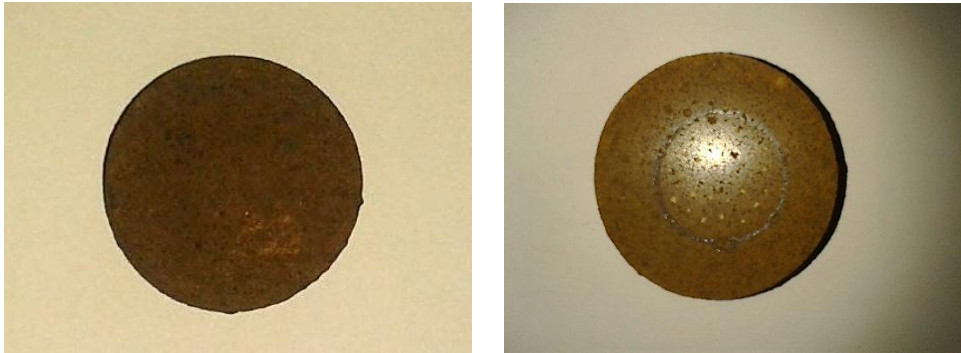


Fig. 95. Muestra 1300-PV50FL50: estado inicial (izq.) y tras el ensayo de desgaste (dcha.).

Se puede observar una pista de desgaste de color negro con zonas brillantes, lo que significa que la pista se ha oxidado poco, además de tener una forma muy regular a excepción de algún poro que se puede encontrar en el trazado de la pista. También, se aprecia que se ha adherido material del pin en la pieza.

En la Figura 96 se puede observar la microestructura de la pieza y en la Figura 97 un barrido de la zona después del ensayo tribológico. Se muestra que el material no tiene demasiados poros (Figura 96), aunque algunos sean de gran tamaño. Además, se trata de una porosidad heterogénea presentando áreas con porosidad angular y también poros redondeados.

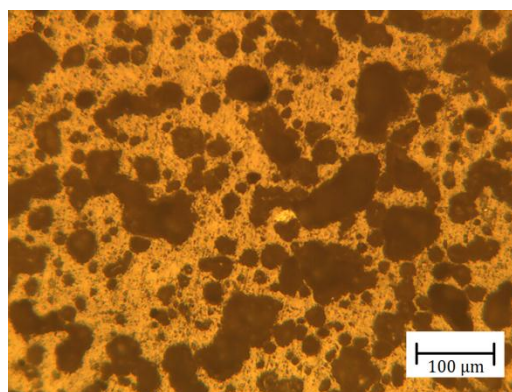


Fig. 96. Micrografía de la muestra 1300-PV50FL50.

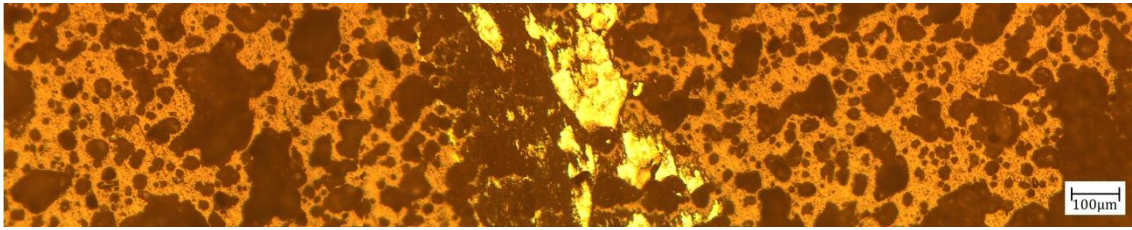


Fig. 97. Barrido microscópico de la pista de desgaste de la muestra 1300-PV50FL50.

La pista que se ha realizado durante el ensayo de desgaste se observa en la zona central de la Figura 97, siendo de un color más oscuro que el resto de la imagen. En la pista de desgaste se aprecia una gran cantidad de metal adherido, que en la fotografía se identifica por los restos brillantes que hay en la pista de desgaste. Se pueden observar fenómenos de deformación y agrietamiento del material metálico depositado. De igual forma también existen áreas de material depositado que se ha oxidado (de color más rojizo).

La muestra denominada como 1300-PV60FL40 alcanza la mayor densidad a la temperatura de 1300°C para una adición del 40% de flux. Al igual que todas las piezas ensayadas a desgaste se le realizó un tratamiento de pulido en la superficie que iba a ser ensayada. En la Figura 98, se analiza la evolución del coeficiente de fricción y de la variación de la temperatura para la muestra 1300-PV60FL40 durante el ensayo de desgaste.

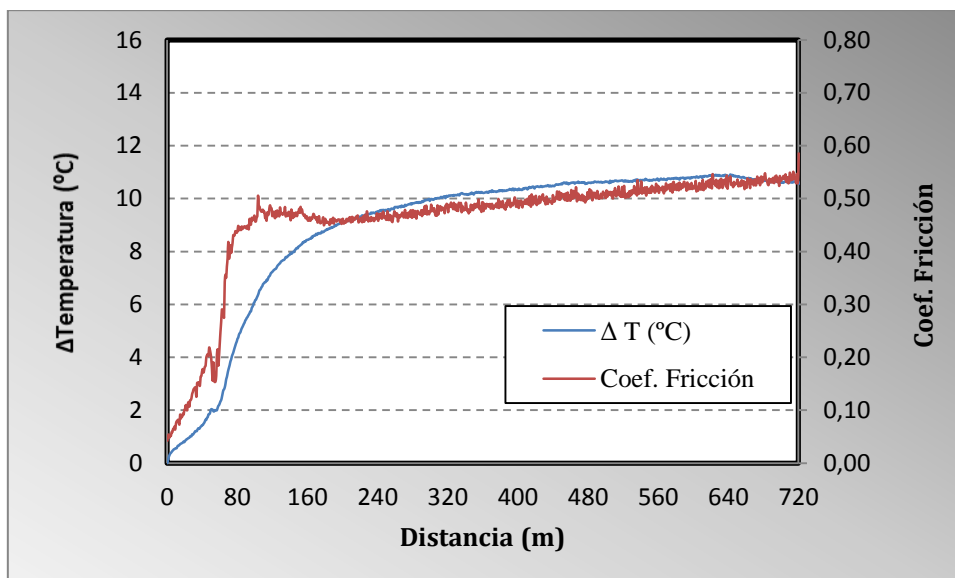


Fig. 98. Coeficiente de fricción y variación de la temperatura de la muestra 1300-PV60FL40.

Al comenzar este ensayo se observa que el pin intentó deslizar y que a partir de los sesenta metros se produjo un desplazamiento de la pista de desgaste y un comienzo de

régimen abrasivo con un coeficiente de fricción de 0,46. Después de doscientos metros de recorrido comenzó el comportamiento abrasivo-adhesivo, en el que se depositó material metálico procedente del pin y se despegó material de la pista de desgaste. El coeficiente de fricción máximo es 0,52. El coeficiente de fricción medio es 0,46; siendo el mismo que para la muestra 1300-PV50FL50.

Durante el régimen abrasivo la temperatura producida por la fricción asciende. Una vez que empieza el comportamiento abrasivo-adhesivo, la temperatura comienza a estabilizarse debido a que se deposita metal que disipa más el calor que el material cerámico. Sin embargo, el crecimiento continuo de la temperatura se debe a que el material que se va depositando se va oxidando a medida que transcurre el ensayo.

El valor del coeficiente de desgaste de la pieza es $K = -3,74 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, mientras que el coeficiente de desgaste del pin es $K = 3,56 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. El pin pierde material al depositarse sobre la pista de desgaste, y por esto, el coeficiente de desgaste de la pieza se toma como negativo (el cálculo del coeficiente de desgaste está en función del volumen desgastado) debido a que su peso ha aumentado, aunque su valor es muy bajo.

En la Figura 99 se puede observar el aspecto del material antes del ensayo y la pista de desgaste dejada sobre la pieza 1300-PV60FL40.



Fig. 99. Muestra 1300-PV60FL40: aspecto inicial de la pieza (izq.) y pista de desgaste (dcha.).

Del mismo modo que la pieza anterior, se trata de una pista bastante regular en la que se ha adherido metal procedente del pin. Por ello, nos encontramos con una pista de color oscuro y brillante debido a que el metal depositado no se ha oxidado completamente. Además, se observa un poro de gran tamaño en medio de la pista de desgaste. El aspecto visual es similar al de la pista de desgaste de la pieza 1300-PV50FL50.

En la Figura 100 se observa la muestra 1300-PV60FL40 y en la Figura 101 se presenta un barrido de una zona de la pieza realizado con el microscopio antes de efectuar el ensayo tribológico.

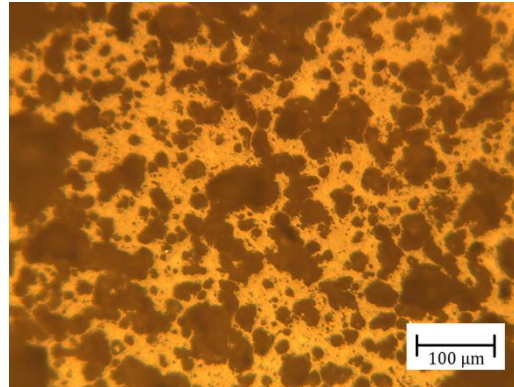


Fig. 100. Micrografía de la muestra 1300-PV60FL40.

Mediante la observación de la microscopía de esta pieza se determinó que es muy parecida a la de la muestra 1300-PV50FL50, en la que no se puede considerar muy porosa si se compara con el resto de probetas fabricadas, aunque los poros son de gran tamaño.

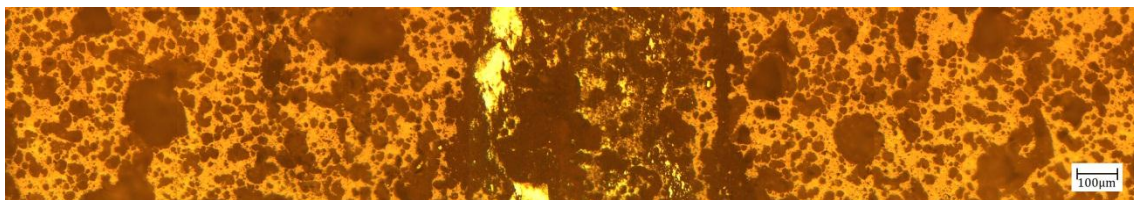


Fig. 101. Barrido microscópico de la pista de desgaste Muestra 1300-PV60FL40.

En el centro de la Figura 101, se puede apreciar la pista de desgaste que ha dejado el pin en la pieza. Además se aprecia que se han producido deposiciones de material metálico en la pista, ubicándose sobre todo en la parte exterior de la misma. La película de transferencia metálica es menos extensa que en el caso anterior y casi todo el material metálico se observa oxidado.

La probeta denominada como 1250-PV50FL50 al estar sinterizada a menor temperatura tiene propiedades mecánicas inferiores a la pieza que se sinterizó a 1300°C, luego es de esperar un peor comportamiento tribológico. En la Figura 102, se analiza la evolución del coeficiente de fricción y de la variación de temperatura para la muestra 1250-PV50FL50 durante el ensayo de desgaste.

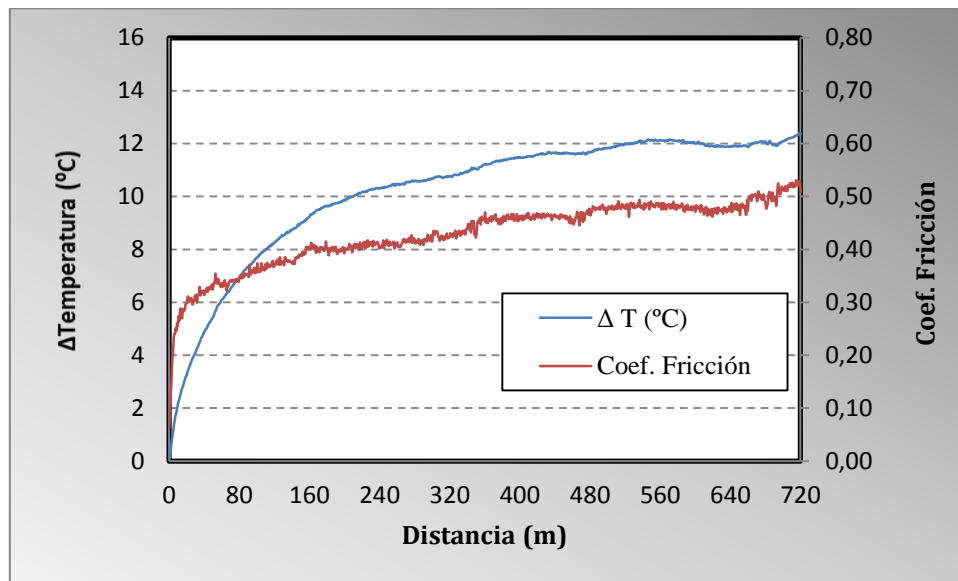


Fig. 102. Coeficiente de fricción y variación de la temperatura de la muestra 1250-PV50FL50.

Al inicio se produce un aumento brusco del coeficiente de fricción con un régimen abrasivo, pero se observan saltos en la gráfica que son debidos a los altibajos en la zona de contacto (el contacto entre pin y disco no es continuo), quedando con una forma muy irregular. Al igual que en las otras pistas de desgaste se produce también un régimen abrasivo-adhesivo con deposición metálica del pin y desprendimiento de partículas. El máximo coeficiente de fricción se observa al final con un valor de 0,52. El coeficiente de fricción medio tiene un valor de 0,43 siendo levemente inferior al resto de piezas ensayadas. Debido a los botes y movimientos que se han producido en el ensayo, la temperatura ha ascendido durante todo el recorrido llegando a un máximo de 12°C.

Este comportamiento distinto al de las otras piezas ensayadas es a causa de que esta probeta ha sido sinterizada a menor temperatura por lo que tiene más porosidad, y por ello, el pin es capaz de arrancar más material durante el desgaste.

El valor del coeficiente de desgaste de la pieza es $K = 3,72 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, mientras que el coeficiente de desgaste del pin es $K = 4,27 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. En los dos casos se producen pérdidas de material tanto en la pieza como en el pin. En este caso el valor del coeficiente de desgaste de la pieza es el más alto en comparación con el resto de ensayos realizados, esto es debido a que durante el ensayo el pin ha sido capaz de arrancar más cantidad de material de la pieza, debido a la gran cantidad de poros que presentaba la muestra.

En la Figura 103 se muestra el aspecto de la pieza así como de la pista de desgaste que dejó el pin en la muestra ensayada.



Fig. 103. Muestra 1250-PV50FL50: aspecto de la muestra (izq.) y pista de desgaste (dcha.).

Al tratarse de la pieza que ha sinterizado a menor temperatura, es una muestra con mayor cantidad de poros y de dimensiones más grandes. Esto ha influido en la pista de desgaste que ha quedado con una forma muy irregular debido a que el pin, al encontrarse con los poros, oscilaba más durante el ensayo. La pista tiene un color oscuro pero también zonas brillantes, al igual que el resto de piezas ensayadas, lo que significa que parte del material de la pista no se ha oxidado.

En la Figura 104 se puede observar el aspecto microscópico que presenta el material 1250-PV50FL50. A diferencia de las piezas anteriores, en esta se observa mayor cantidad de poros y más predominancia de poros de gran tamaño.

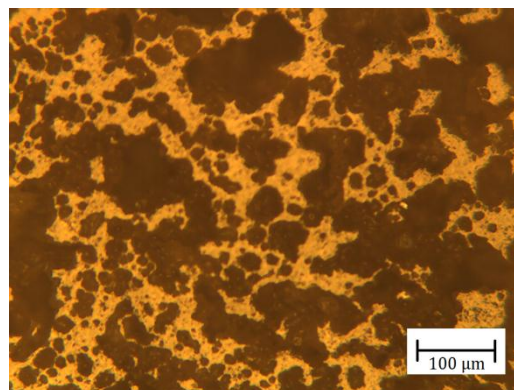


Fig. 104. Muestra 1250-PV50FL50

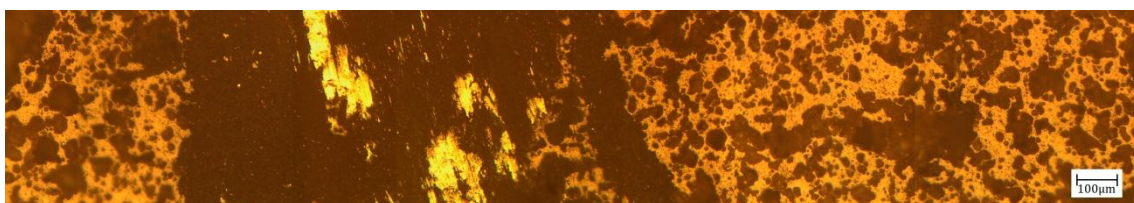


Fig. 105. Barrido microscópico de la pista de desgaste de la muestra 1250-PV50FL50.

A la izquierda de la imagen de la Figura 105 se puede observar la pista de desgaste, que tiene más espesor que las pistas anteriores, que como ya hemos dicho, se debe a la

mayor presencia de poros en la pieza que ha provocado que el pin oscilase más durante el ensayo, también es mucho más irregular (Figura 103).

Al igual que en todas las pistas de desgaste analizadas, se contemplan restos metálicos que han sido depositados por el contramaterial. En comparación con las dos anteriores, existen menos depósitos metálicos sin oxidar. El pin ha contribuido menos a los depósitos si consideramos el coeficiente de desgaste ($K= 4,27 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$), con lo cual el incremento de temperatura en la zona de contacto ha sido mayor (2°C).

La pieza 1250-PV60FL40 (Figura 106) tiene un color menos oscuro y es menos compacta que el resto de piezas que se ensayaron a desgaste, por lo que se espera un peor comportamiento al desgaste.



Fig. 106. Muestra 1250-PV60FL40

En esta pieza no se puede mostrar el gráfico de evolución del coeficiente de fricción debido a que antes de que el pin recorriese cien metros la pieza se rompió, convirtiéndose en polvo a causa de su poca resistencia y sus malas propiedades mecánicas. Este fenómeno era previsible y por ello no se realizó este ensayo al resto de piezas, porque tenían propiedades inferiores a esta probeta y de este modo evitar que sucediese lo mismo.

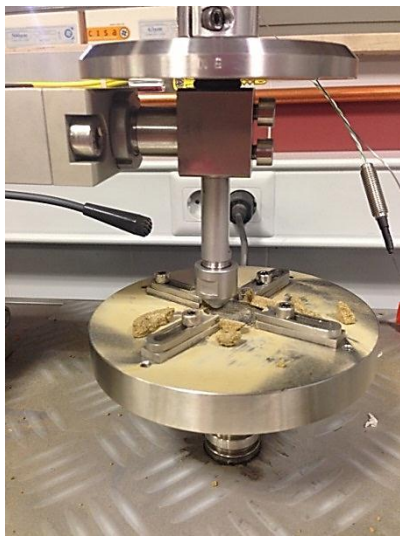


Fig. 107. Ensayo tribológico para la muestra 1250-PV60FL40 (izq.); restos de la pieza (dcha.).

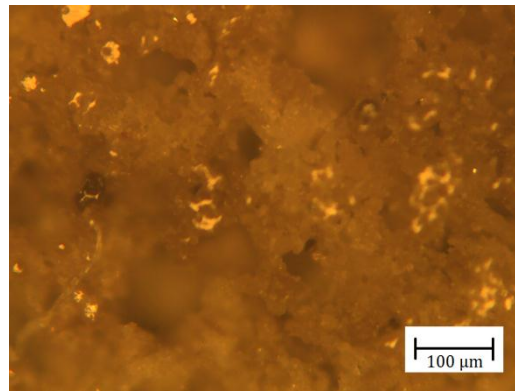


Fig. 108. Muestra 1250-PV60FL40.

Como se puede ver la pieza es muy porosa (Figura 108) y por eso se aprecia la imagen tan difuminada. Al tratarse de una pieza que no ha llegado a la temperatura de sinterización óptima se encuentra todavía con mucha porosidad ocupando la mayoría de la superficie de la pieza, provocando que todavía sea una pieza poco resistente.

8.5.3. COMPARACIÓN DE LOS COEFICIENTES DE FRICCIÓN

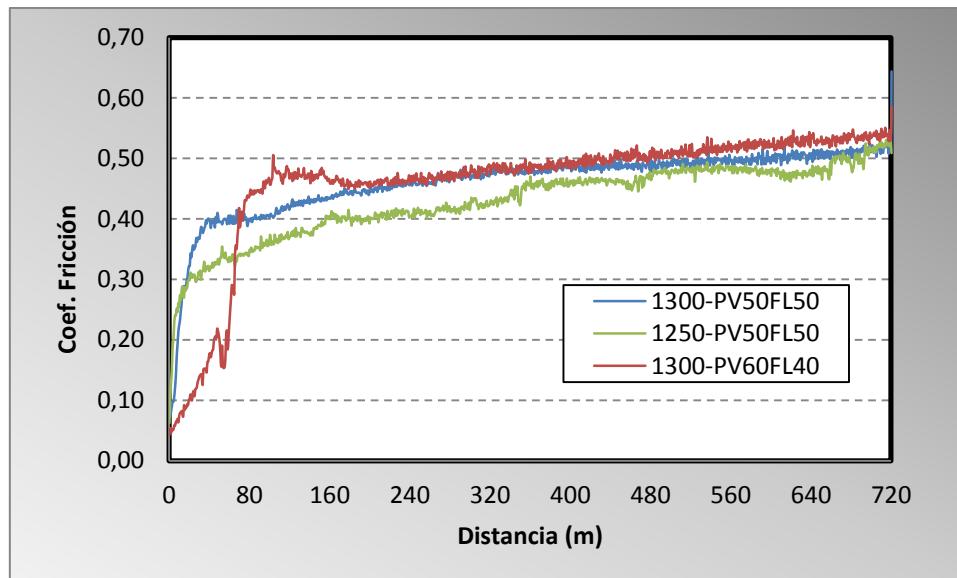


Fig. 109. Comparativa de los coeficientes de fricción de las muestras ensayadas.

En la Figura 109 se observa la evolución de los coeficientes de fricción para cada una de las muestras a las que se les ha realizado el ensayo tribológico. Todas ellas tienen un comportamiento muy parecido a excepción de la gran cantidad de saltos que tiene la probeta 1250-PV50FL50, aunque muestra un cierto paralelismo con su homóloga de 1300°C. También se puede observar que a diferencia de las otras dos piezas, en el material 1300-PV60FL40 el pin ha deslizado en los primeros metros. Todas las muestras tienen un comportamiento abrasivo al principio, finalizando con un régimen abrasivo-adhesivo y aparición de microsoldaduras.

En base a todo lo anterior, se puede concluir que el coeficiente de fricción máximo para todas las muestras se encuentra muy próximo a 0,52. Este valor está dentro de los coeficientes de fricción esperados, ya que para materiales cerámicos los coeficientes de fricción se encuentran entre 0,9 y 0,5 [63].

A diferencia de lo que ocurrió en la línea de investigación previa en la que se estudió un material formado únicamente con paval [15], se ha conseguido mediante la adición de escoria de soldadura que algunas probetas pudiesen soportar el ensayo tribológico (1300-PV50FL50, 1300-PV60FL40 y 1250-PV50FL50).

8.5.4. COMPARACIÓN DE LOS COEFICIENTES DE DESGASTE

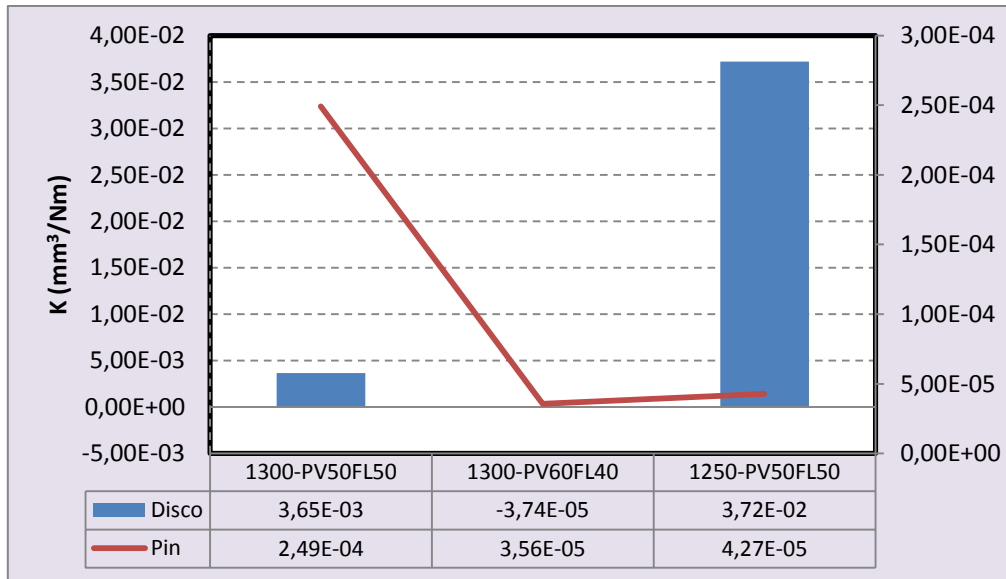


Figura 110. Coeficientes de desgaste.

El material 1300-PV60FL40 presenta un coeficiente de fricción negativo. Se debe a que la pieza ha ganado masa durante el ensayo. Esta masa proviene del pin de acero, que tiene una densidad de 7,8 g/cm³, cuyas partículas se introducen en los poros que tiene la probeta. Del mismo modo, durante el ensayo se pierde material de la muestra, que tiene una densidad de 1,5 g/cm³. La diferencia de densidades es tan importante, que el material finalizado el ensayo, ha ganado más masa del pin, que la que ha perdido durante el mismo. Para los otros materiales los coeficientes de desgaste son superiores a 10⁻³, por lo que se trata de un desgaste severo [63]. Los coeficientes de desgaste del pin entran dentro de la normalidad porque en todos los ensayos ha sufrido desgaste y ha perdido material que se ha depositado en el disco, su desgaste es suave salvo en el caso del material 1300-PV50FL50 que es algo más severo.

Como conclusión en cuanto al desgaste, se puede decir que estos materiales no muestran un buen comportamiento tribológico, puesto que su desgaste es severo en las condiciones estudiadas. Es posible que cambiando el método de procesado (compactación uniaxial o extrusión) y aumentando la temperatura de sinterización por encima de 1300°C se mejorase su comportamiento sin variar su composición. Como se ha podido comprobar, el factor crítico es la elevada porosidad que poseen.

8.6. DUREZA

La dureza es una propiedad que influye de forma decisiva sobre el comportamiento frente al desgaste, y así mismo es una de las propiedades básicas, junto con la densidad, que sirven para caracterizar en primer término cualquier material tecnológico. En los anexos se encuentran todas las medidas que se realizaron de la dureza.

Las medidas sólo se realizaron en estas piezas por ser las más resistentes y para que fuesen capaces de soportar la fuerza ejercida sin dañar la muestra, ya que si se realizasen en las piezas más porosas, éstas se destruirían. Se tomaron 25 medidas en la misma cara donde se realizó el ensayo tribológico, calculándose al final la media de todas las medidas para obtener la dureza de la pieza que se refleja en la Tabla 12.

Tabla 12. Dureza media de los materiales ensayados.

Pieza	Dureza en Vickers (HV _{0,5})
1300-PV50FL50	627
1300-PV60FL40	848
1250-PV50FL50	3950

Se ha utilizado la escala Vickers para la realización de las medidas al aplicar 5 Kgf y obtener valores muy bajos de dureza. En las piezas sinterizadas a la temperatura de 1300°C se obtuvieron durezas inferiores a 1000 HV, mientras que en la otra pieza se obtuvo un valor de dureza demasiado alto que no concuerda con los valores esperados. Este hecho puede ser debido a la aparición de fases de mayor dureza con la composición elegida, o que la elevada porosidad de la probeta aumenta las probabilidades de que el indentador penetrase en alguno de los poros y diese como resultado, una medida errónea en cuanto al posicionamiento del indentador (la medida debe ser perpendicular con la superficie). Esto motivó que se determinase la fiabilidad de los resultados de dureza mediante la distribución de Weibull.

8.7. DETERMINACIÓN DE FIABILIDAD RESPECTO A LA DUREZA

Al igual que en el ensayo acústico, se determinó el módulo de Weibull a partir de los resultados de dureza. Este método permite comprobar la fiabilidad de las piezas respecto a dicha propiedad e indirectamente también nos habla de la fiabilidad de la medida.

Se emplearon los mismos estimadores que para los ensayos acústicos:

$$F_{j1} = \frac{j}{(n+1)} \quad (4), \quad F_{j2} = \frac{(j-0,3)}{(n+0,4)} \quad (5), \quad F_{j3} = \frac{(j-0,5)}{n} \quad (6), \quad F_{j4} = \frac{(j-(3/8))}{(n+0,25)} \quad (7)$$

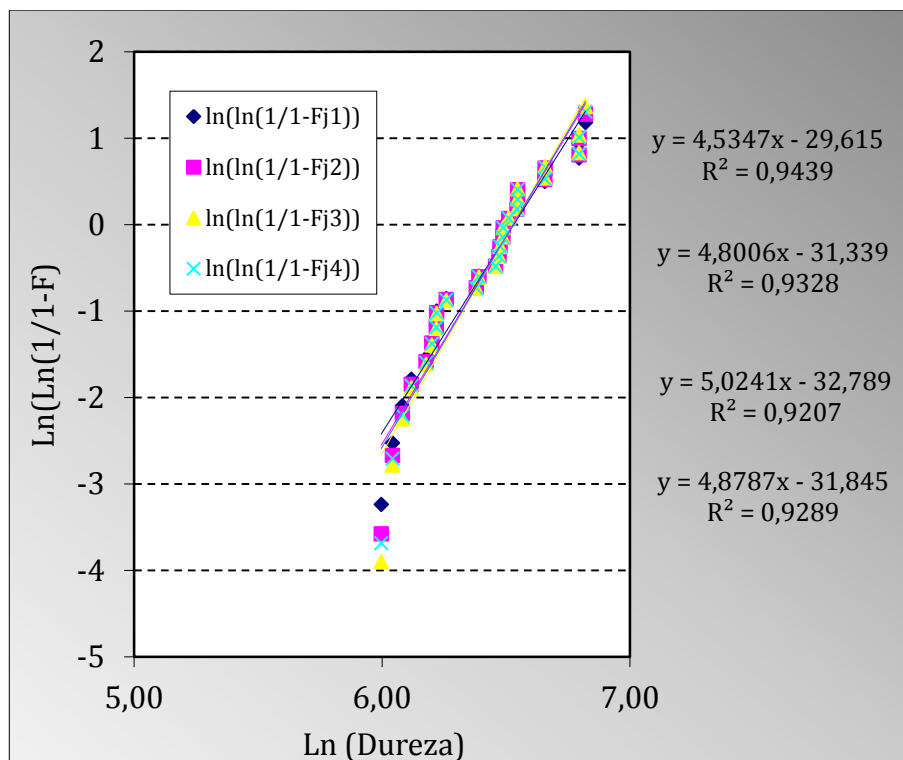


Fig. 111. Distribución de Weibull para la dureza en la muestra 1300-PV50FL50.

En la Figura 111 se muestra la representación de los estimadores de Weibull y la ecuación de cada uno de ellos para el material 1300-PV50FL50. Además, se presenta el coeficiente de correlación de cada recta "R²", cuyo valor máximo puede ser uno. En este caso, los valores correspondientes a "R²" para los estimadores se sitúan entre 0,94 y 0,92. Se consideran valores altos, por lo que se puede decir que se adapta de forma aceptable.

También, hay que comprobar el valor de la pendiente o módulo de Weibull que se ha obtenido para cada estimador. Se observa un valor máximo de 5,02 y un mínimo de 4,53, lo que indica que los resultados tienen una variabilidad alta, porque cuanto mayor sea la

pendiente menor será la dispersión de los datos. Estos valores del módulo de Weibull son entre los que se encuentran las cerámicas convencionales [33, 86].

En la Figura 112 se observa la representación de los estimadores de Weibull para el material 1300-PV60FL40.

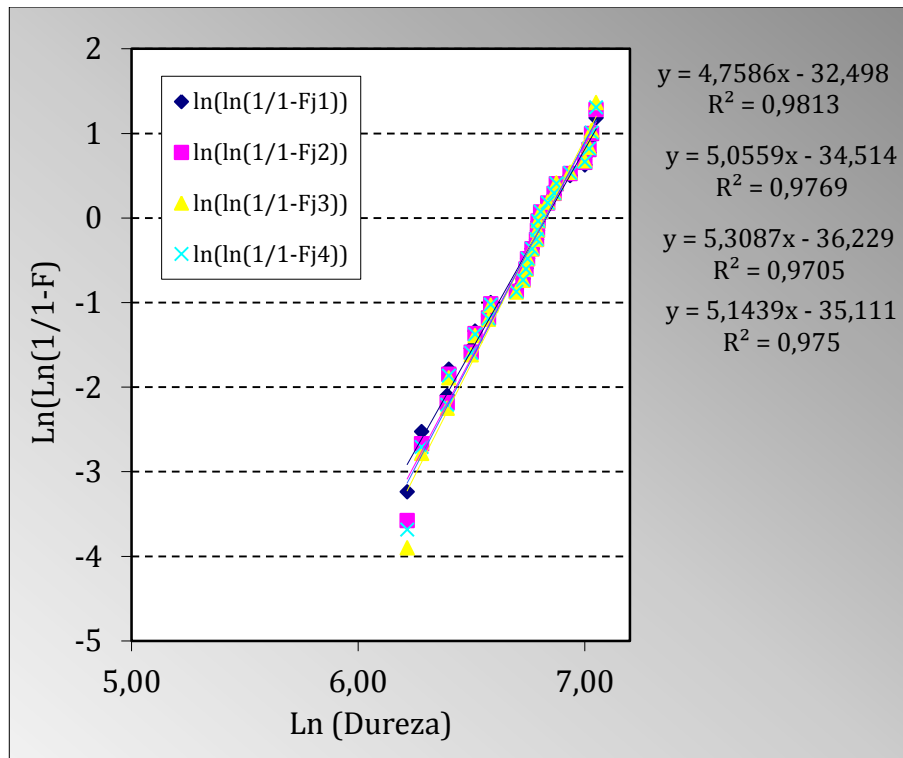


Fig. 112. Distribución de Weibull para la dureza en la muestra 1300-PV60FL40.

Se han obtenido los coeficientes de correlación de 0,97 para tres de estos estimadores y 0,98 para el otro restante. Para este caso, se consiguen unos coeficientes superiores a 0,95 por lo que se considera un ajuste excelente para esta distribución.

Los valores de las pendientes están entre 5,30 y 4,75; estos valores significan que, al igual que en el caso anterior, la variabilidad es alta, porque cuanto mayor sea la pendiente los datos analizados son más parecidos. Pero este hecho es algo típico para las cerámicas tradicionales.

En comparación con los resultados anteriores, en este caso se adaptan mejor que en el anterior y tienen una pendiente algo superior (poseería una mejor fiabilidad), pero los valores del módulo de Weibull son muy próximos.

En la Figura 113 nos encontramos con una gráfica diferente a los casos anteriores.

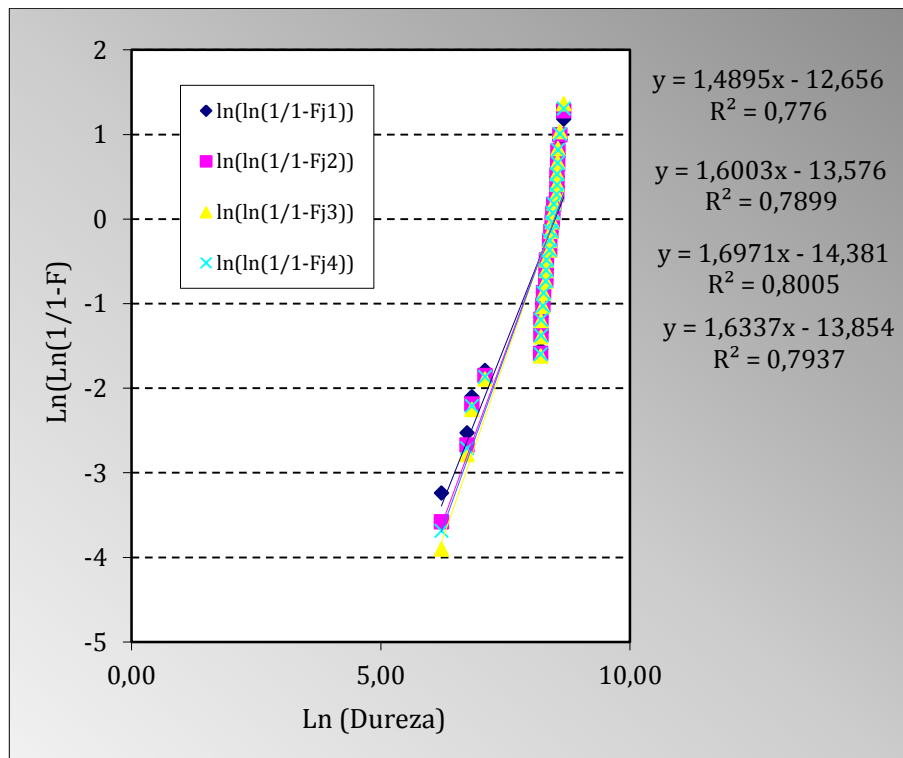


Fig. 113. Distribución de Weibull para la dureza en la muestra 1250-PV50FL50.

Los coeficientes de correlación son bastante inferiores al ser de 0,80 el valor máximo, encontrándose muy alejado del valor óptimo que es 1, por lo que la dispersión de estos resultados es alta.

A simple vista, se observan dos series de valores desplazados entre sí que tienen una buena correlación entre ellos. Por un lado corresponden a los valores más bajos de dureza (inferiores a 1200 HV), mientras que en la otra serie se encuentran los valores de dureza entre 3600 HV y 5800 HV. Esto hace que la correlación sea baja y la variabilidad de los datos también.

Este fenómeno es bastante común en los materiales sinterizados con elevada porosidad y fases de elevada dureza. Son poco fiables en cuanto a la dureza, pero en general también desde un punto de vista mecánico. La porosidad puede ser el origen de fisuras y por otro lado la fragilidad inherente a las fases de mayor dureza hace que la rotura sin previo aviso sea más probable.

Los resultados obtenidos se explican al tratarse de una pieza que ha sinterizado a una temperatura inferior a las otras dos, lo que significa que tiene mayor cantidad de poros, que han influido en la toma de los valores de la dureza, provocando que no sean válidos. Por otro lado, tenemos un material con elevada cantidad de fases duras (alúmina,



sílice, etc.). Lo que parece suceder con estas mezclas (paval y flux) es que la integridad de las fases duras se pierde a mayores temperaturas porque se producen reacciones durante la sinterización dando lugar a fases más blandas.

Así pues, nos encontramos con valores muy bajos del módulo de Weibull y por lo tanto de la fiabilidad del material.

Por último, a modo de resumen de todos los ensayos que se han realizado, en este proyecto, en la Tabla 13 se presentan los resultados obtenidos tras la sinterización para los distintos materiales paval-flux, con el objeto de mostrar una comparativa general de los mismos.

Tabla 13. Propiedades de los materiales estudiados susceptibles de aplicación.

	Densidad sinterizado (g/cm ³)	Coef. Absorción Máximo	Coef. Absorción Medio	Coef. Fricción Máximo	Coef. Fricción Medio	Dureza (HV)
1200-PV50FL50	1,08	0,37	0,26	-	-	-
1250-PV92FL8	1,15	0,23	0,14	-	-	-
1250-PV90FL10	1,14	0,23	0,14	-	-	-
1250-PV88FL12	1,15	0,24	0,16	-	-	-
1250-PV85FL15	1,06	0,28	0,18	-	-	-
1250-PV80FL20	1,14	0,25	0,22	-	-	-
1250-PV70FL30	1,09	0,28	0,21	-	-	-
1250-PV60FL40	1,18	0,36	0,29	-	-	-
1250-PV50FL50	1,44	-	-	0,52	0,43	No fiable
1300-PV92FL8	1,24	0,21	0,12	-	-	-
1300-PV90FL10	1,23	0,22	0,13	-	-	-
1300-PV88FL12	1,23	0,21	0,13	-	-	-
1300-PV85FL15	1,24	0,26	0,16	-	-	-
1300-PV80FL20	1,30	0,22	0,17	-	-	-
1300-PV70FL30	1,20	0,33	0,26	-	-	-
1300-PV60FL40	1,49	-	-	0,52	0,46	848
1300-PV50FL50	1,88	-	-	0,51	0,46	627

A la vista de todos los resultados, se obtiene el material más denso (1,88 g/cm³) con la mayor adición de fundente (50%), tras ser sinterizado a la mayor temperatura posible (1300°C). Sin embargo, se consiguen mejores coeficientes de absorción acústica cuando las piezas se sinterizan a menor temperatura (1200-PV50FL50), además de observarse un mejor comportamiento acústico a medida que la adición de escoria de soldadura es más elevada. Respecto a los materiales que han podido soportar el ensayo de desgaste, se ha



observado un comportamiento tribológico similar, obteniéndose un bajo coeficiente de fricción. Del mismo modo no se han conseguido piezas de gran dureza, siendo el material más duro 1300-PV60FL40.

IV. CONCLUSIONES

IV. CONCLUSIONES	112
9. CONCLUSIONES.....	113



9. CONCLUSIONES

Una vez realizados todos los ensayos y a la vista de los resultados que se han obtenido, se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- El residuo industrial paval, es un material que tiene un alto punto de fusión y mediante la adición de escoria de soldadura o flux, se consigue un descenso en su temperatura de sinterización.
- Las piezas que contenían un menor porcentaje de fundente registran una curva de sinterabilidad con la misma tendencia, siendo las de mayor contenido en flux las que alcanzan una densidad más elevada.
- La temperatura de sinterización para las muestras de mayor contenido en flux es 1300°C.
- Se consiguió fabricar satisfactoriamente una placa refractaria de paval con un 10% de adición de flux (PV90FL10) a la temperatura de 1300°C.
- No se aprecia una gran variación de volumen en las probetas hasta alcanzar una temperatura de sinterización de 1200°C, hecho que coincide con la aparición de una fase líquida.
- Las piezas con más cantidad de fundente tienen un mejor comportamiento acústico al presentar valores mayores de absorción acústica.
- Las muestras sinterizadas a menor temperatura presentaron mejores propiedades para su utilización como aislante acústico, debido a su mayor porosidad.
- Todas las piezas ensayadas a desgaste tienen un comportamiento abrasivo al inicio, a excepción de la muestra 1300-PV60FL40 que durante los primeros metros deslizaron las superficies de la muestra y del contramaterial.
- Los valores máximos del coeficiente de fricción de las piezas ensayadas se encuentran muy próximos a 0,52; valor que se sitúa dentro del rango de los materiales cerámicos comprendido entre 0,9 y 0,5.
- Los materiales estudiados presentan un desgaste severo en las condiciones de ensayo y de fabricación.



-
- El material 1200-PV50FL50 presenta una fiabilidad aceptable desde un punto de vista acústico.
 - Los materiales PV50FL50 y PV60FL40 sinterizados a 1300°C muestran unos valores fiables de dureza dentro de los valores esperados para las cerámicas convencionales.



v. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

V. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	115
10. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	116



10. LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

En el presente proyecto hemos estudiado las propiedades que nos ofrece el residuo industrial paval, residuo generado por la utilización de escorias salinas en la producción del aluminio secundario.

El estudio se ha centrado en la sinterabilidad, haciendo necesaria la adición de escoria de soldadura para conseguir la sinterización de las piezas. Además de la sinterabilidad, se ha estudiado su comportamiento acústico y sus propiedades mecánicas como son, la dureza y comportamiento frente a desgaste.

En futuras líneas de investigación, se podría seguir este estudio mediante:

- Fabricación de piezas refractarias o acústicas de mayor tamaño.
- Modificar la adición de fundente o el tipo del mismo.
- Evaluar otro tipo de residuos industriales como aditivos.
- Elaborar las probetas con un tamaño de partícula inferior a 63 μm .
- Realizar la sinterización a temperaturas superiores a las estudiadas (1300°C).
- Mayor duración del periodo de tiempo de la última meseta en el ciclo de sinterizado, una vez alcanzada la temperatura máxima de sinterización.
- Realización de un estudio dilatómetro para controlar las variaciones dimensionales de las piezas en función de la temperatura.
- Utilizar un proceso de conformado distinto al proceso Starch, como por ejemplo la compresión uniaxial, extrusión o compresión isostática en frío.
- Adición de otro material para mejorar las propiedades mecánicas de las probetas.
- Empleo del análisis de imagen para evaluar la porosidad o caracterizar las pistas de desgaste empleando técnicas de análisis mediante colorimetría.



VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	117
11. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	118



11. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Ley 22/2011 de 29 de julio, de Residuos y Suelos Contaminados.
- [2] <http://www.gestion-calidad.com/residuos-industriales.html>. (Última consulta: 12 de enero de 2014)
- [3] Gaiker; "Reciclado de materiales: perspectivas, tecnologías y oportunidades." Diputación Foral de Bizkaia. Departamento de Innovación y Promoción Económica. Abril 2007.
- [4] <http://www.aluminio.org> (Última consulta: 12 de enero de 2014)
- [5] C. Kammer; "Aluminium Handbook. Vol 1. Fundamentals and Materials". Ed. Aluminium-Verlaga Marketing & Kommunikation GmbH (1999).
- [6] P.E. Tsakiridis; "Aluminium salt slag characterization and utilization – A review" *Journal of Hazardous Materials*, Volúmenes 217-218, Pages 1-10, 30 Mayo 2012.
- [7] A. Gil; "Gestión de las escorias salinas de la segunda fusión del aluminio". Dpto. de Química Aplicada. Universidad Pública de Navarra.
- [8] K.E. Lorber and H. Antrekowitsch; "Treatment and disposal of residues from aluminium dross recovery" University Leoben, Austria.
- [9] Lista europea de residuos, Orden MAM/304/2002, de 8 de febrero, por la que se publican las operaciones de valorización y eliminación de residuos y la lista europea de residuos. Publicación: BOE 19 de febrero de 2003.
- [10] J.N. Hryn and E.J. Daniels; "Recycling Aluminum Salt Cake" Department of Energy Office of Science Laboratory Operated by The University of Chicago.
- [11] http://www.befesa.es/web/es/prensa/historico_de_noticias/2011/bma_20111209_2.html?q=paval. (Última consulta: 15 de diciembre de 2013)
- [12] E. Alzola; "Informe Preliminar de la Situación del Suelo de la empresa Befesa Aluminio Bilbao, S. L.". Limia & Martín, S. L.; 18 de Julio de 2005.
- [13] L. Gonzalo; "Obtención y caracterización de bohemita a partir de un residuo peligroso de la industria del aluminio." CSIC Consejo superior de investigación científica. Madrid 2008.



- [14] Directiva 91/689/CEE del Consejo, de 12 de diciembre de 1991, relativa a los residuos peligrosos. Diario Oficial nº 377 de 31/12/1991 p. 0020 – 0027.
- [15] J. D. Fernández; “Estudio previo sobre el reciclado mixto de materiales procedentes de residuos de construcción y de la segunda fusión del aluminio”. Universidad de Salamanca, Escuela Politécnica Superior de Zamora, Febrero 2013.
- [16] R. Quintana, A. Cruz, L. Perdomo, G. Castellanos, L.L. García, A. Formoso y A. Cores; “Eficiencia de la transferencia de elementos aleantes en fundentes durante el proceso de soldadura automática por arco sumergido”. Revistas CSIC, Revista de Metalurgia. nº 39 págs. 25-34, 2003.
- [17] <http://www.twi.co.uk/technical-knowledge/job-knowledge/equipment-for-submerged-arc-welding-016/> (Última consulta: 29 de diciembre de 2013)
- [18] <http://soldadura.org/soldadura-2/soldadura-por-arco-sumergido-saw/> (Última consulta: 29 de diciembre de 2013)
- [19] Ángela Lázaro Martín; “Soldeo por arco sumergido”. SolySol Soluciones industriales y soldaduras S.L. 2008.
- [20] Y. Wang, K. Zhu, Y. Zheng, H. Wang, G. Dong, N. He, Q. Li; “The Effect of Recycling Flux on the Performance and Microbial Community Composition of a Biofilm Hydrolytic-Aerobic Recycling Process Treating Anthraquinone Reactive Dyes”. *Molecules*, Vol. 16, Págs. 9838-9849, 2011.
- [21] S. Brezinsek, G. Sergienko, A. Pospieszczyk, Ph. Mertens, U. Samm, P. T. Greenland; “Characterization of the deuterium recycling flux in front of a graphite surface in the TEXTOR tokamak”. *Plasma Physics and Controlled Fusion*, Vol. 47, Págs. 615-634, 2005.
- [22] M. Bullón; “Estudio previo sobre valorización mixta de residuos de construcción y escoria de soldadura”. Universidad de Salamanca, Escuela Politécnica Superior de Zamora, Junio 2013.
- [23] J. Alarcón; “Tema 1. Introducción a la Química de los materiales Cerámicos”. *Química de Materiales*. Universitat de Valencia.
- [24] J. L. Mesa; “Tema 7. Materiales Cerámicos”. *Materiales inorgánicos avanzados*. Universidad del País Vasco



- [25] J. R. Gil, S. Barroso, A. M^a Camacho; “Introducción al conocimiento de los materiales y a sus aplicaciones” UNED cuadernos. Madrid 2008.
- [26] L. García, J. M. Torralba, F. Velasco; “Manual de pulvimetalurgia”. Universidad Carlos III de Madrid. Madrid. Julio de 1999.
- [27] A. Ballester, L. F. Verdeja, J. Sancho; “Metalurgia extractiva Vol. 1 Fundamentos”. Ed. Síntesis. Madrid 2000.
- [28] http://profesores.elo.utfsm.cl/~agv/elo323/2s06/projects/GerardoAlvarez/proyecto_final.html (Última consulta: 10 de enero de 2014)
- [29] http://www.portonartesano.com.ar/modules.php?name=Diccionario_Artistico&file=index&op=TerminoMuestraImagen&imagen=molino-de-bolas.jpg&tid=420 (Última consulta: 10 de enero de 2014)
- [30] M. I. Flores, C. A. Martínez-Pérez, M. García-Guaderrama; “Comparative Study of Al-Ni-MO alloys obtained by mechanical alloying in different ball mills”. Reviews on Advanced Materials Science, Vol. 18, págs. 301-304; 29 marzo, 2008.
- [31] Daniel Borkosky; “Tema 7.Metalurgia de polvos”. Tecnologías y procesos de producción. Universidad Nacional de Tucumán. Facultad de Ciencias Exactas y Tecnología. <http://www1.herrera.unt.edu.ar/faceyt/typp/files/2012/05/Tema-n%C2%BA7-Metalurgia-de-Polvos.pdf> (Última consulta: 10 de enero de 2014)
- [32] http://www.matsceng.ohio-state.edu/~daehn/powder/jiang_thesis/chapter1/Image5.gif (Última consulta: 6 de febrero de 2014)
- [33] N. Antón; “Obtención de nuevos materiales cerámicos y compuestos basados en el Clinker Portland: Estudio de sinterabilidad, propiedades mecánicas y tribológicas”. Universidad Politécnica de Madrid, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, 1997.
- [34] N. Antón, A. Herrero, M. J. Vicente; “La pulvimetalurgia como vía para el reciclado y valorización de materiales”. Resúmenes del I Congreso Español de Pulvimetalurgia. Madrid 2006.
- [35] W. D. Callister Jr.; “Introducción a la ciencia de los materiales”. Ed. Reverté.



- [36] J. Pozuelo de Diego; "Tema 6. Materiales metálicos, cerámicos y polímeros". Química de Materiales. Universidad Carlos III de Madrid.
- [37] E. Gregorová, W. Pabsta, I. Boháčenkob; "Characterization of different starch types for their application in ceramic processing". Journal of the European Ceramic Society, Vol. 26, Págs. 1301-1309, 2006.
- [38] O. Lyckfeldt and J. M. F. Ferreirab; "Processing of Porous Ceramics by Starch Consolidation" Journal of the European Ceramic Society, Vol. 2, Págs. 131-140, 1998.
- [39] J. Chandradassa, K. Hyeon Kima, D. sik Baeb, K. Prasad, G. Balachandarc, S. Athisaya; "Starch consolidation of alumina: Fabrication and mechanical properties". Journal of the European Ceramic Society, Vol. 29, Págs. 2219-2224, Agosto 2009.
- [40] S. González; "Comportamiento térmico y sinterabilidad de materiales cerámicos fabricados por el procedimiento "Starch" a partir de residuos de la construcción". Universidad de Salamanca, Escuela Politécnica Superior de Zamora, Septiembre 2013.
- [41] D. Vicente; "Estudio comparativo del comportamiento acústico de materiales cerámicos fabricados con residuos de construcción". Universidad de Salamanca, Escuela Politécnica Superior de Zamora, Septiembre 2012.
- [42] J. Manzanás; "Comportamiento térmico y sinterabilidad de materiales cerámicos fabricados por el procedimiento "Starch" a partir de residuos de la construcción". Universidad de Salamanca, Escuela Politécnica Superior de Zamora, Junio 2013.
- [43] A. Odriozola, I. Ochoa, M. Gutiérrez; "Moldeo por inyección de cerámicas". Bol. Soc. Esp. Cerámica y vidrio, Vol.33, Núm. 5, Pág. 267-271, Sept-Oct 1994.
- [44] <http://materiales.etsii.uclm.es/wp-content/uploads/2011/06/esquema-MIM1.jpg>
(Última consulta: 10 de enero de 2014)
- [45] <http://www.textoscientificos.com/imagenes/quimica/aparato-protuberancia.gif>
(Última consulta: 6 de febrero de 2014)
- [46] X. Romero; "Estudio de las variables de compactación y sinterización de polvo de aluminio severamente deformado para la mejora de sus propiedades mecánicas". Universitat Politècnica de Catalunya, Enero 2011.

- [47] C. A. Rivas; "Compactación y sinterización de polvos obtenidos por aleación mecánica de Cu-1,2%pAl, Cu-2,3%pTi y Cu-2,7%pv". Universidad de Chile, Marzo 2008.
- [48] F. Blanco-Álvarez; "Tema 13. Sinterización en estado sólido." Universidad de Oviedo.
- [49] N. Antón, F. Velasco, N. Candela, W. M. Lima, M. A. Martínez, J. M. Torralba; "Materiales compuestos base Clinker Portland reforzados con sílice: Sinterabilidad y propiedades mecánicas". Proceedings MATCOMP'97. Págs. 424-431. 1997.
- [50] F. Blanco Álvarez; "Tema 14. Sinterización en presencia de fase-líquida." Universidad de Oviedo.
- [51] http://webs.uvigo.es/gcastro/PFC/PROYECTO_ZALO_archivos/Capitulo%201.pdf (Última consulta: 13 de enero de 2014)
- [52] A. M^a Jaramillo; "Acústica: La ciencia del sonido". Ed. Instituto Tecnológico Metropolitano, 2007.
- [53] C. Rougeron; "Aislamiento acústico y térmico en la construcción" Editorial Reverté, 1977.
- [54] <http://acusticarquitectonicaymedioambiental.blogspot.com.es/2010/05/coeficientes-de-absorcion-sonora.html> (Última consulta: 13 de enero de 2014)
- [55] F. Chávez, L. Noriega; "La tribología: ciencia y técnica para el mantenimiento". Editores, 2002.
- [56] N. Y. Saria, M. Yilmazb; "Investigation of abrasive + erosive wear behaviour of surface hardening methods applied to AISI 1050 steel". Materials & Design, Págs. 470-478, 2006.
- [57] <http://www.balzers.com.ar/bar/spa/02-applications/01-wear-tribology/06-tribo-system/indexW3DnavidW263.php> (Última consulta: 10 de enero de 2014)
- [58] F. Díaz del Castillo; "Lecturas de Ingeniería 2: Tribología: fricción, desgaste y lubricación". Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, Departamento de Ingeniería, 2007.
- [59] Standard Test Method for wear testing with a Pin on disc Apparatus. ASTM G99-05.



- [60] H. Hernández, E. Espejo; “Mecánica de fractura y análisis de falla”. Universidad Nacional de Colombia, Colección Sede.
- [61] V. M. Trejo; “Desgaste del acero AISI 304 en el transporte neumático de hierro esponja”. Tesis Universidad Autónoma de Nuevo León. Diciembre 1999.
- [62] A. J. Vázquez, J. J. de Damborenea. “Ciencia e ingeniería de la superficie de los materiales metálicos”. Editorial: Consejo Superior de Investigaciones Científicas.
- [63] N. Antón, F. Velasco, N. Candela, J. M. Torralba; “Friction and wear behaviour of CMC’s based on Portland Clinker against a steel countermaterial”. British Ceramic Transactions. Vol. 101. Págs. 65-70. 2002.
- [64] S. R. Schmid; S. Kalpakjian; “Manufactura, ingeniería y tecnología”. Ed. Prentice Hall, 2002.
- [65] M. A. Gómez-Botero; “Caracterización de las propiedades tribológicas de los recubrimientos duros”. Tesis Universidad de Barcelona. Diciembre 2005.
- [66] J. O. Arratibel; “Filler de aluminio para la elaboración de ladrillos puzolánicos sin cocción”. Universidad Pública de Navarra, Sept. 2011.
- [67] P.E. Tsakiridis, P. Oustadakis, S. Agatzini-Leonardou; “Aluminium recovery during black dross hydrothermal treatment”. Journal of Environmental Chemical Engineering, Vol. 1, Págs. 23-32, Junio 2013.
- [68] UNE-EN 933-1:1998. Ensayos para determinar las propiedades geométricas de los áridos. Parte 1: Determinación de la granulometría de las partículas. Métodos del tamizado.
- [69] http://serc.carleton.edu/research_education/equilibria/ternary_diagrams.html (Última consulta: 12 de enero de 2014)
- [70] R. D. Osorio; “Manual de técnicas de laboratorio químico”. Editorial Universidad de Antioquia, 2009.
- [71] J. Alba; “Criterios de Selección de Materiales Acústicos Absorbentes con Técnicas basadas en Tubo de Kundt”. TecniAcústica, Gandía, 2006.
- [72] http://es.wikipedia.org/wiki/Umbral_de_audición (Última consulta: 12 de enero de 2014)



- [73] UNE EN ISO 10534-2. "Determinación del coeficiente de absorción acústica y de la impedancia acústica en tubos de impedancia". Parte 2: Método de la función de transferencia. Junio 2001.
- [74] M. Belmonte, A. de Pablos, P. Miranzo, M.I. Osendi, J.R. Gomes; "Comportamiento tribológico de materiales cerámicos de nitruro de silicio texturados". Ciencia y Tecnología de los Materiales. Vol. 18, nº 1, 2006.
- [75] ASTM G99 – 05. "Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus". Revisada en 2010.
- [76] M. P. Groover; "Fundamentos de Manufctura Moderna". Ed. Prentice Hall, 2001.
- [77] E. Paul DeGarmo, J. Temple Black, R. A. Kohser; "Materiales y procesos de fabricación Vol. 1". Ed. Reverté, 1994.
- [78] http://www.astm.org/SNEWS/SPANISH/SPMJ10/e0405_spmj10.html (Última consulta: 12 de enero de 2014)
- [79] N. Antón, J.L. Henares, N. Carrillo, J. Escuadra, M.L. Pérez-Delgado; "Comportamiento tribológico de materiales procedentes de residuos de construcción". Actas del III Congreso Nacional de Pulvimetalurgia. Págs. 283-292. Valencia 2010.
- [80] A. Creus-Solé; "Fiabilidad y seguridad de procesos industriales". Editorial Marcombo, 1991.
- [81] J. L. Devore; "Probabilidad y estadística para ingenierías y ciencias". Cengage Learning Editores, 2008.
- [82] N. Antón, J. Hernández, J. P. González, J. Escuadra, M. L. Pérez-Delgado; "Evaluación de diferentes procesos de molienda y compactación uniaxial de virutas de aluminio con adiciones de sal marinas". Actas del III Congreso Nacional de Pulvimetalurgia. Págs. 335-344, Valencia 2010.
- [83] D. S. King, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas; "Silicon carbide-titanium diboride ceramic composites". Journal of the European Ceramic Society, Vol. 33, nº15, Págs. 2943-2951. Diciembre 2013.



-
- [84] A. F Lemos, J. M. F Ferreira; “Porous bioactive calcium carbonate implants processed by starch consolidation”. *Materials Science and Engineering*: Vol. 11, Págs. 35-40, 30 Junio 2000.
- [85] J. L. Minatti, J. G. A. Santana, R. S. Fernandes, E. Campos; “Alumina developed by pre-gelling starch consolidation (PSC)”. *Journal of the European Ceramic Society* Vol. 29, Págs. 661–668, Marzo 2009.
- [86] N. Antón, M. V. Gonçalves, A. A. García, R. Caballero, J. Escuadra, M. L. Pérez-Delgado; “Comportamiento mecánico y fiabilidad de materiales procedentes de residuos de construcción”. *Actas del III Congreso Nacional de Pulvimetalurgia*. Págs. 283-292. Valencia 2010.
- [87] ASTM B962-13; “Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes’ Principle”. Equivalencias con ISO 2738:2000 y ASTM B963-13.

ANEXOS

I. DENSIDADES EN VERDE

Tabla 1. Medidas de las piezas en verde.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
PV92FL8_1	29,08	8,39	6,123	5661,160	1,082
	29,11	8,57			
	29,24	8,50			
PV90FL10_4	29,21	8,61	6,048	5731,510	1,055
	29,13	8,56			
	29,05	8,63			
PV88FL12_24	28,97	7,92	5,488	5209,500	1,053
	29,04	7,91			
	28,90	7,88			
PV85FL15_28	29,33	8,19	5,542	5592,320	0,991
	29,45	8,30			
	29,39	8,24			
PV80FL20_55	29,22	8,01	5,484	5337,000	1,028
	29,21	7,99			
	29,15	7,92			
PV70FL30_38	29,29	7,88	5,219	5286,480	0,987
	29,28	7,84			
	29,37	7,78			
PV60FL40_49	29,42	5,34	3,759	3598,28	1,045
	29,33	5,31			
	29,26	5,32			
PV50FL50_71	29,49	5,55	4,294	3764,930	1,140
	29,47	5,49			
	29,42	5,53			

Tabla 2. Medidas de las piezas en verde.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
PV92FL8_2	28,94	7,28	5,428	4822,977	1,125
	29,17	7,27			
	29,10	7,25			
PV90FL10_3	29,33	7,29	5,311	4932,028	1,077
	29,18	7,41			
	29,06	7,41			
PV88FL12_26	29,04	7,58	5,430	5019,601	1,082
	29,05	7,44			
	29,06	7,70			
PV85FL15_35	29,32	8,75	5,904	5905,115	1,000
	29,34	8,72			
	29,28	8,78			
PV80FL20_58	29,15	7,22	4,951	4786,242	1,034
	29,12	7,19			
	29,13	7,13			
PV70FL30_44	29,32	7,98	5,268	5369,744	0,981
	29,26	8,05			
	29,14	7,96			
PV60FL40_47	29,36	7,57	5,445	5098,31639	1,068
	29,22	7,60			
	29,27	7,54			
PV50FL50_70	29,47	6,81	5,355	4645,124	1,153
	29,55	6,81			
	29,39	6,81			

Tabla 3. Medidas de las piezas en verde.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
PV92FL8_7	29,09	7,64	5,594	5093,251	1,098
	29,12	7,65			
	29,06	7,70			
PV90FL10_10	29,17	5,91	4,200	3392,925	1,068
	29,03	5,91			
	29,15	5,90			
PV88FL12_12	29,26	6,61	4,676	4386,909	1,066
	29,29	6,41			
	29,28	6,53			
PV85FL15_40	29,10	9,45	6,079	6294,568	0,966
	29,13	9,45			
	29,09	9,48			
PV80FL20_50	29,26	8,22	5,686	5573,419	1,020
	29,43	8,27			
	29,42	8,19			
PV70FL30_32	29,16	7,66	5,249	5169,821	1,015
	29,34	7,68			
	29,29	7,72			
PV60FL40_54	29,22	6,51	4,586	4343,285	1,056
	29,33	6,50			
	29,27	6,35			
PV50FL50_68	29,39	8,15	5,989	5487,945	1,091
	29,16	8,16			
	29,31	8,13			

Tabla 4. Medidas de las piezas en verde.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
PV92FL8_20	28,98	7,52	5,276	4906,480	1,075
	29,01	7,41			
	28,98	7,37			
PV90FL10_16	29,00	7,71	5,406	5082,218	1,064
	28,97	7,72			
	28,96	7,69			
PV88FL12_18	29,06	9,39	6,505	6217,694	1,046
	28,95	9,40			
	28,99	9,45			
PV85FL15_34	29,15	7,06	4,596	4714,500	0,975
	29,23	7,05			
	29,20	7,02			
PV80FL20_30	29,29	7,20	5,017	4872,293	1,030
	29,51	7,16			
	29,28	7,23			
PV70FL30_45	29,15	6,35	4,360	4249,830	1,026
	29,28	6,34			
	29,19	6,34			
PV60FL40_53	29,21	5,61	3,920	3740,45187	1,048
	29,26	5,62			
	29,20	5,50			
PV50FL50_67	29,43	6,03	4,320	4091,928	1,056
	29,45	6,04			
	29,40	5,98			

Tabla 5. Medidas de las piezas en verde.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
PV92FL8_21	28,90	7,89	5,727	5221,762	1,097
	28,88	8,00			
	28,94	7,98			
PV90FL10_22	28,94	7,91	5,562	5181,594	1,073
	28,90	7,90			
	28,91	7,86			
PV88FL12_27	29,14	6,40	4,566	4297,026	1,063
	29,30	6,39			
	29,32	6,39			
PV85FL15_63	29,20	6,39	4,532	4252,680	1,066
	29,11	6,36			
	29,11	6,38			
PV80FL20_37	29,27	6,98	4,955	4771,564	1,038
	29,27	7,09			
	29,34	7,17			
PV70FL30_39	29,30	8,15	5,447	5486,899	0,993
	29,32	8,16			
	29,43	8,02			
PV60FL40_48	29,46	5,75	4,031	3916,085	1,029
	29,42	5,78			
	29,36	5,76			
PV50FL50_72	29,04	7,67	6,088	5094,974	1,195
	29,09	7,68			
	29,06	7,69			

II. DENSIDADES DE SINTERIZADO

Tabla 6. Medidas de las piezas tras sinterizado a 1100°C.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
1100-PV92FL8_1	28,72	8,37	4,986	5445,088	0,916
	28,67	8,64			
	28,66	8,27			
1100-PV90FL10_4	28,75	8,39	4,958	5481,690	0,905
	28,84	8,45			
	28,80	8,41			
1100-PV88FL12_24	28,39	7,75	4,442	4911,867	0,904
	28,31	7,73			
	28,65	7,70			
1100-PV85FL15_28	28,86	8,23	4,529	5344,539	0,847
	28,82	8,14			
	28,83	8,18			
1100-PV80FL20_55	28,76	7,83	4,489	5107,892	0,879
	28,81	7,90			
	28,78	7,82			
1100-PV70FL30_38	29,08	7,77	4,304	5180,997	0,831
	29,20	7,82			
	29,02	7,78			
1100-PV60FL40_49	29,10	5,38	3,174	3540,283	0,897
	28,95	5,34			
	29,03	5,33			
1100-PV50FL50_71	29,46	5,61	3,673	3818,914	0,962
	29,49	5,60			
	29,45	5,59			

Tabla 7. Medidas de las piezas tras sinterizado a 1150°C.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
1150-PV92FL8_2	28,30	7,10	4,398	4480,770	0,981
	28,43	7,08			
	28,39	7,08			
1150-PV90FL10_3	28,43	7,10	4,306	4553,738	0,945
	28,51	7,29			
	28,39	7,11			
1150-PV88FL12_26	28,43	7,35	4,433	4675,633	0,948
	28,43	7,34			
	28,50	7,37			
1150-PV85FL15_35	28,66	8,46	4,801	5472,698	0,877
	28,73	8,48			
	28,64	8,48			
1150-PV80FL20_58	28,57	7,02	4,046	4498,018	0,899
	28,62	7,00			
	28,62	6,98			
1150-PV70FL30_44	28,88	7,79	4,404	5188,352	0,849
	29,03	7,88			
	28,97	7,86			
1150-PV60FL40_47	29,19	7,53	4,602	5027,29244	0,915
	29,04	7,57			
	29,16	7,53			
1150-PV50FL50_70	29,36	6,83	4,579	4623,894	0,990
	29,39	6,81			
	29,35	6,84			

Tabla 8. Medidas de las piezas tras sinterizado a 1200°C.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
1200-PV92FL8_7	27,93	7,38	4,561	4508,659	1,011
	27,96	7,41			
	27,97	7,25			
1200-PV90FL10_10	27,82	5,63	3,419	3426,251	0,998
	27,80	5,67			
	27,79	5,63			
1200-PV88FL12_12	27,91	6,27	3,800	3807,820	0,998
	27,85	6,34			
	27,84	6,12			
1200-PV85FL15_40	27,80	9,01	4,921	5481,195	0,898
	27,78	9,08			
	27,79	9,02			
1200-PV80FL20_50	28,12	7,86	4,635	4882,372	0,949
	28,24	7,86			
	28,17	7,77			
1200-PV70FL30_32	28,11	7,44	4,330	4608,127	0,940
	28,09	7,41			
	28,16	7,41			
1200-PV60FL40_54	28,28	6,30	3,832	3940,46269	0,973
	28,21	6,27			
	28,26	6,29			
1200-PV50FL50_68	27,83	7,75	5,111	4712,508	1,085
	27,89	7,69			
	27,88	7,74			

Tabla 9. Medidas de las piezas tras sinterizado a 1250°C.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
1250-PV92FL8_20	26,15	6,76	4,162	3608,159	1,154
	26,18	6,72			
	26,09	6,69			
1250-PV90FL10_16	26,24	7,08	4,341	3800,819	1,142
	26,26	6,98			
	26,23	7,02			
1250-PV88FL12_18	26,17	8,53	5,249	4580,355	1,146
	26,18	8,50			
	26,20	8,49			
1250-PV85FL15_34	26,49	6,63	3,740	3516,070	1,064
	26,58	6,42			
	26,44	6,34			
1250-PV80FL20_30	26,58	6,61	4,164	3641,119	1,144
	26,46	6,60			
	26,47	6,59			
1250-PV70FL30_45	26,88	5,92	3,599	3313,713	1,086
	26,67	5,88			
	26,72	5,88			
1250-PV60FL40_53	26,33	5,08	3,275	2773,395	1,181
	26,25	5,09			
	26,36	5,13			
1250-PV50FL50_67	24,65	5,56	3,701	2576,399	1,437
	24,54	5,33			
	24,66	5,35			

Tabla 10. Medidas de las piezas tras sinterizado a 1300°C.

	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Masa (g)	Volumen (mm ³)	Densidad (g/cm ³)
1300-PV92FL8_21	25,71	7,10	4,589	3687,543	1,245
	25,55	7,23			
	25,67	7,09			
1300-PV90FL10_22	25,70	6,95	4,431	3600,977	1,234
	25,68	6,95			
	25,60	6,99			
1300-PV88FL12_27	25,81	5,75	3,728	3032,330	1,294
	25,93	5,79			
	25,89	5,74			
1300-PV85FL15_63	25,46	5,90	3,694	2974,784	1,242
	25,47	5,77			
	25,58	5,80			
1300-PV80FL20_37	25,55	6,23	4,105	3168,163	1,296
	25,41	6,25			
	25,50	6,15			
1300-PV70FL30_39	25,44	7,39	4,481	3732,528	1,201
	25,34	7,23			
	25,73	7,30			
1300-PV60FL40_48	23,60	5,25	3,403	2290,490	1,486
	23,79	5,14			
	23,77	5,16			
1300-PV50FL50_72	23,52	6,31	5,142	2736,518	1,879
	23,59	6,28			
	23,46	6,30			

III. DUREZAS

Tabla 11. Resultados de dureza pieza 1300-PV50FL50.

Dureza (HV _{0,5}) 1300-PV50FL50				
893	438	502	638	402
779	697	590	482	493
657	647	697	596	916
649	421	523	454	658
695	893	503	778	672
Media			627	

Tabla 12. Resultados de dureza pieza 1300-PV60FL40.

Dureza (HV _{0,5}) 1300-PV60FL40				
717	725	811	598	893
534	852	887	665	501
1028	968	869	891	1131
602	1097	958	1118	903
932	836	1154	676	847
Media			848	

Tabla 13. Resultados de dureza pieza 1250-PV50FL50.

Dureza (HV _{0,5}) 1250-PV50FL50				
5093	4684	5817	4405	5173
837	926	1201	5085	4500
4094	4776	4621	3883	4385
5053	3685	502	4117	5197
3709	3853	3690	4066	5392
Media			3950	

IV. CONDICIONES ENSAYO TRIBOLÓGICO

Muestra	Masa Disco (g)		Masa bola (g)		Temperatura (°C)			Humedad relativa (%)		
	Antes	Después	Antes	Después	Inicial	Media	Final	Inicial	Media	Final
1300-PV50FL50	4,9072	4,8825	0,8809	0,8802	25,1	25,4	26,1	23	23	22
1300-PV60FL40	4,7707	4,7709	0,8791	0,8781	23,7	24,3	25,2	24	23	23
1250-PV50FL50	3,6197	3,4271	0,8802	0,8790	25,9	26,5	27,1	26	25	24

V. COEFICIENTES DE ABSORCIÓN

Tabla 14. Resultados coeficientes de absorción I.

f(Hz)	1200-PV50FL50	1250-PV92FL8	1250-PV90FL10	1250-PV88FL12	1250-PV85FL15
	α	α	α	α	α
800	0,1826	0,1461	0,1000	0,1292	0,1845
1000	0,1952	0,0688	0,1507	0,1329	0,0901
1250	0,1871	0,0931	0,1040	0,1373	0,1537
1600	0,2025	0,1000	0,1093	0,1506	0,1470
2000	0,2039	0,1084	0,1040	0,1530	0,1637
2500	0,2254	0,1261	0,1175	0,1572	0,1642
3150	0,2381	0,1178	0,1082	0,1503	0,1642
4000	0,2622	0,1220	0,1284	0,1486	0,1660
5000	0,2987	0,1565	0,1537	0,1736	0,1986
6300	0,3680	0,2197	0,2185	0,2266	0,2735

Tabla 15. Resultados coeficientes de absorción II.

f(Hz)	1250-PV80FL20	1250-PV70FL30	1250-PV60FL40	1300-PV92FL8	1300-PV90FL10
	α	α	α	α	α
800	0,1472	0,1461	0,2132	0,0611	0,1289
1000	0,1623	0,1388	0,2924	0,0867	0,1665
1250	0,2171	0,1730	0,3448	0,0787	0,1058
1600	0,2345	0,1834	0,3612	0,0908	0,1062
2000	0,2353	0,1853	0,3530	0,1078	0,1201
2500	0,2229	0,1956	0,3117	0,1057	0,1260
3150	0,2084	0,1921	0,2737	0,1047	0,1114
4000	0,2022	0,2033	0,2591	0,1090	0,1061
5000	0,2133	0,2251	0,2566	0,1269	0,1257
6300	0,2525	0,2757	0,2839	0,2071	0,2031

Tabla 16. Resultados coeficientes de absorción III.

f(Hz)	1300-PV88FL12	1300-PV85FL15	1300-PV80FL20	1300-PV70FL30
	α	α	α	α
800	0,0927	0,0937	0,1184	0,1289
1000	0,1985	0,1491	0,2178	0,2505
1250	0,0940	0,1384	0,1607	0,2848
1600	0,1162	0,1314	0,1434	0,2843
2000	0,1176	0,1336	0,1485	0,2757
2500	0,1255	0,1474	0,1458	0,2486
3150	0,1237	0,1378	0,1460	0,2330
4000	0,1151	0,1479	0,1514	0,2266
5000	0,1431	0,1800	0,1712	0,2566
6300	0,2024	0,2480	0,2116	0,3302