

# Caracterización mecánica de espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de Silicio

Roger Stevens Olaya Díaz

Universidad Nacional de Colombia Facultad de Ingeniería, departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica Bogotá, Colombia 2017

# Caracterización mecánica de espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de Silicio.

### Roger Stevens Olaya Díaz

Tesis o trabajo de investigación presentada(o) como requisito parcial para optar al título

de:

Magister en Materiales y Procesos

Director (a): Ph.D Rodolfo Rodríguez Baracaldo

Línea de Investigación: Caracterización de materiales Grupo de Investigación: IPMIM - Innovación de procesos de manufactura e ingeniería de materiales

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica Bogotá, Colombia

2017

#### Dedicatoria

Dedico este trabajo de grado, primero a Dios quien me da la fuerza suficiente para seguir adelante. A mis padres y familia quienes, a lo largo de la vida me han apoyado y han velado por mi bienestar y mi educación sin dudar ni un momento, de mi capacidad e inteligencia.

## **Agradecimientos**

Al Doctor Rodolfo Rodríguez Baracaldo, asesor de esta tesis, por su colaboración, atención, paciencia y aporte de su experiencia para encaminar el rumbo de este proyecto hasta materializarlo y por las enseñanzas científicas que me ha proporcionado a lo largo del desarrollo de la tesis.

Así mismo mi agradecimiento a la Universidad Nacional de Colombia y al cuerpo de docentes, por sus enseñanzas durante la carrera de posgrado.

### Resumen

En este trabajo fue estudiado el comportamiento mecánico a compresión de filtros porosos de Zirconio y Carburo de Silicio.

Se estudió la aplicabilidad de un modelo estadístico de Weibull a las celdas unitarias que conforman todo el material, empleándolos para analizar el esfuerzo a compresión que soportan. Se ha comprobado que este modelo, reproduce adecuadamente los valores para los cuales el material falla a estos esfuerzos ya que poseen una distribución estrictamente aleatoria.

Además, se pudo observar a través de un análisis morfológico por medio de microscopia óptica y electrónica de barrido las características principales del material, teniendo en cuenta los huecos triangulares que conforman las paredes de cada una de las celdas unitarias y se propone en base a su morfología un modelo teórico en el cual es posible predecir el esfuerzo a compresión de una celda unitaria.

Para finalizar, se propone para mejorar la resistencia de estos materiales, introducir una capa de metal antes del proceso de sinterización. Este análisis se ve reflejado igualmente en el modelo teórico planteado.

**Palabras clave:** comportamiento mecánico, filtros porosos, esfuerzos, modelo de Weibull, celda unitaria.

## Abstract

In this work the mechanical behavior to compression of porous filters of Zirconium and Silicon Carbide was studied. The maximum stresses that these fragile ceramic materials can withstand have traditionally been studied by statistical methods, most notably the Weibull Model.

It was studied the applicability of this model to the unit cells that make up the whole material, using them to analyze the maximum compression effort they support. It has been shown that the Weibull statistical model adequately reproduces the values for which the material fails these efforts as they have a strictly random distribution.

In addition, the main characteristics of the material could be observed through a morphological analysis using optical microscopy and scanning electron microscopy, considering the triangular holes that make up the walls of each of the unit cells, and it is proposed based on Its morphology a theoretical model in which it is possible to predict the compressive stress of a unit cell.

Finally, it is proposed to improve the strength of these materials, introduce a layer of metal before the sintering process. This analysis is also reflected in the theoretical model proposed.

Keywords: Mechanical behavior, porous filters, stress, Weibull model, unit cell.

# Contenido

1.	Funda	amentos teóricos y antecedentes	23
	1.1 A	ntecedentes	23
	1.2 N	lateriales cerámicos	
	1.2.1	Tipo de materiales cerámicos	25
	1.2.2	Propiedades mecánicas de los cerámicos	26
	1.2.3	Fractura frágil de las cerámicas	28
	1.2.4	Módulo de rotura	
	1.2.5	Comportamiento elástico	29
	1.2.6	Deformación plástica	30
	1.3 N	lateriales celulares	
	1.3.1	Estructura	32
	1.3.2	Fabricación	36
	1.3.3	Propiedades	36
	1.4 N	lodelo Gibson-Ashby	44
	1.4.1	Análisis del comportamiento mecánico	44
	1.4.2	Región elástica	45
	1.4.3	Pandeo plástico	47
	1.4.4	Zona de densificación	48
	1.5 N	lateriales cerámicos celulares.	49
	1.5.1	Propiedades mecánicas	50
	1.5.2	Permeabilidad	
	1.5.3	Propiedades térmicas	
	1.5.4	Propiedades acústicas	
	1.6 A	plicaciones	
~	Dece		n at man al á <b>f</b> in i
Ζ.		rollo experimentalElleur ! Sig	net non denni.
	2.1 D	Istribuciones de probabilidad de vveibuil	
	2.1.1	Winimos cuadrados	
	2.2 U	aracterización morrologica	
	2.3 0		
	2.3.1	Ensayo de compresion	63
3.	Resul	tados y análisis	65
	3.1 C	aracterización morfológica	65
	3.1.1	Densidad	65
	3.1.2	Morfología del Zirconio y Carburo de silicio	66
	3.2 A	nálisis teórico: Zirconio v Carburo de Silicio con v sin metal.	
	3.2.1	Modelo teórico, struts rectangulares	71
	3.2.2	Aplicabilidad del modelo al material	73

3.2.3 Esfuerzo a compresión, struts rectangulares	75
3.3 Modelo teórico, Struts Cilíndricos	76
3.3.1 Compuesto Zirconio- metal, Carburo de Silicio-metal	
3.4 Caracterización Mecánica y Ánálisis estadístico de Weibull	
3.4.1 Esfuerzo a compresión, Zirconio	
3.4.2 Esfuerzo a Compresión, Carburo de Silicio	
3.4.3 Análisis estadíst1ico de Weibull, Probetas de Zirconio	
3.4.4 Análisis estadístico de Weibull, Carburo de Silicio	
4. Análisis Computacional	
4.1 Diseño de celda unitaria a través de CAD	
4.1.1 Definición del tipo de análisis	
4.1.2 Material e importación de la geometría	
4.1.3 Definición de material	
4.1.4 Mallado	
4.1.5 Aplicación de la carga	101
4.1.6 Solución	101
4.1.7 Celda unitaria	105
5. Conclusiones v recomendaciones	111
5.1 Conclusiones	
5.2 Recomendaciones	112
6. Bibliografía	141

## Lista de figuras

Figura 1 Filtro de partículas saturado .....XVIII Figura 2: Sistema de flexión por tres puntos para medir comportamiento esfuerzo Figura 3: Comportamiento típico de tensión deformación del óxido de aluminio y del vidrio Figura 6: Comparación entre un sólido celular y un material poroso (Gibson & Ashby, 1999) Figura 10: Principales formas de las celdas en sólidos celulares bidimensionales: (a) triángulo equilátero, (b) triángulo isósceles, (c) cuadrado, (d) paralelogramo, (e) hexágono Figura 11: Principales formas de agrupamiento de celdas formando sólidos celulares bidimensionales (Lorna, Gibson, & Ashby, 2010) ...... 34 Figura 12: Principales formas de las celdas en solidos celulares tridimensionales: a) tetraedro, b) prisma triangular, c) prisma rectangular, d) prisma hexagonal, e) octaedro, f) dodecaedro rómbico, g) dodecaedro pentagonal, h) tetracaidecaedro, e i) icosaedro Figura 13: Formas de agrupamiento de celdas: (a), (b) y (c) formando sólidos celulares bidimensionales y (d) y (e) formando sólidos celulares tridimensionales (Lorna, Gibson, & Figura 14: Propiedades de los sólidos celulares comparadas con otros materiales Figura 15: Comportamiento de las espumas sintácticas de matriz metálica (orbulov & Figura 16: Curva esfuerzo-deformación en compresión de una espuma elastómera Figura 18: Configuración bajo cargas compresivas [Meyers, Chawla 2009] ...... 45 Figura 19: Partículas esféricas antes y durante la deformación plástica (Meyers & chawla., Figura 21: Celda modificada (Maheo, et al., 2013) .....72

Figura 22: Material ideal formado por Zirconio-metal o Carburo de Silicio-metal	73
Figura 23: Barra empotrada similar a un strut	78
Figura 24: Configuración compuesto Zirconio o Carburo de Silicio- metal	80
Figura 25 Representación de picos en la zona elástica lineal del Zirconio	84
Figura 26 Representación de picos en la zona elástica lineal del Carburo de Silicio.	85

# Lista de tablas

	Pág.
Tabla 1         Resumen de los principales autores en trabajos de espumas celulares	24
Tabla 2: Propiedades de algunos cerámicos más comunes (Callister, 2000)	27
Tabla 3: Propiedades mecánicas de algunos materiales avanzados o técnicos (C	allister,
2000)	27
Tabla 4: Condiciones ensayo a compresión Zirconio.	63
Tabla 5: Condiciones ensayo a compresión Carburo de Silicio.	64
Tabla 6 Densidades de las espumas de Zirconio y Carburo de Silicio.	66
Tabla 7         Esfuerzo de compresión teórico de una celda unitaria de Zirconio y Carl	ouro de
Silicio	80
Tabla 8 Esfuerzo teórico del Zirconio-Metal, Carburo de Silicio-Metal	81
Tabla 9 Probabilidad de Fractura asignada a las celdas unitarias de Zirconio	86
Tabla 10 módulo de Weibull y esfuerzo característico del Zirconio	89
Tabla 11         Probabilidad de Fractura asignada a las celdas unitarias de Carburo de	e Silicio
-	89
Tabla 12 módulo de Weibull y esfuerzo característico del Carburo de Silicio	92

# Lista de Anexos

Anexo 1 Filtro número uno Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 2 Filtro número dos Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 3 Filtro número tres Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 4 Filtro número 4 Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 5 Filtro número cinco Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 6 Filtro número seis Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 7 Filtro número siete Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 8 Filtro número ocho Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 9 Filtro número nueve Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 10 Filtro número uno Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis
estadístico de Weibull
Anexo 11 Filtro número uno Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull128
Anexo 12 Filtro número dos Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull129
Anexo 13 Filtro número tres Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull131
Anexo 14 Filtro número cuatro Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal
y análisis estadístico de Weibull132
Anexo 15 Filtro número cinco Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull
Anexo 16 Filtro número seis Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull

Anexo 17 Filtro número siete Carburo de Silicio, esfuerzo-deformació	n, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull	137
Anexo 18 Filtro número ocho Carburo de Silicio, esfuerzo-deformació	on, regresión lineal y
análisis estadístico de Weibull	

# Lista de gráficos

Grafico 1 representación gráfica de una línea recta	59
Grafico 2 representación gráfica de la ecuación de Weibull	60
Grafico 3 Grafica Esfuerzo-Deformación, Probetas de Zirconio	83
Grafico 4 Grafico Esfuerzo-Deformación, Probetas de Carburo de Silicio	84
Grafico 5 Ecuación de la recta para el filtro de Zirconio utilizado en este trabajo	87
<b>Grafico 6</b> Probabilidad de fractura F en función del esfuerzo $\sigma$	88
Grafico 8 Ecuación de la recta para el filtro de Carburo de Silicio utilizado en este t	rabajo
·	90
<b>Grafico 9</b> Probabilidad de fractura F en función del esfuerzo $\sigma$	92

# Justificación

La contaminación del aire es un problema actual que implica consecuencias de salubridad pública y dejan grandes repercusiones en el medio ambiente a razón de contaminantes producidos y por el mal manejo de los desechos expulsados por industrias y transporte.

Uno de los principales problemas respiratorios, son los altos niveles de contaminación del aire, ocasionados por las fuentes móviles. En este se encuentran partículas de materias en suspensión, dióxido de azufre, óxidos de nitrógeno, monóxidos de carbono, compuestos volátiles orgánicos y plomo, según las mediciones de calidad del aire (Ministerio de Ambiente, 2010).

La calidad del aire es medida por el nivel de concentraciones media anual de partículas de polvo menores a 10 micrómetros de diámetro (PM10), el cual es el resultado de la combustión industrial y domestica del carbón y el petróleo diésel además de las emisiones generadas por el transporte (Organizacion mundial de la salud, 2011).

La contaminación tanto en espacios interiores como al aire libre constituye un grave problema de salud medioambiental que afecta a los países desarrollados y en desarrollo por igual (Organizacion mundial de la salud, 2011).

Los efectos en la salud de los contaminantes del aire mencionados aumentan el riesgo de enfermedades cardiovasculares y respiratorias, como enfermedades pulmonares obstructivas crónicas y cáncer de pulmón en adultos. En la población joven se fomentan enfermedades como, tos, secreción mucosa, asma, neumonía y bronquitis.

Existe una serie de soluciones técnicas para la reducción de las emisiones de escape, las endomotrices (optimización eficaz de la combustión para que no se genere desde un principio sustancias contaminantes) y las ectomotrices (consiste en la reducción de un sistema de filtración de los gases de escape) (Aficionados a la Mecánica, 2014).

Los filtros de partículas ectomotrices utilizados para estos motores son principalmente espumas cerámicas las cuales, debido a sus grandes propiedades mecánicas, así como su característica porosa, ayudan a la filtración de los gases. La eficacidad es el corto recorrido de los gases de escape entre el motor y el filtro de partículas que permite que la temperatura de los gases de escape todavía se alta para la combustión de las partículas.

# Descripción del problema

Las partículas generadas por un motor diésel son apreciables por el denso humo negro que un vehículo propulsado por este tipo de motor deja en la aceleración. El diésel está formado por cadenas de hidrocarburos mucho mayores y pesadas que la gasolina. Cuando el motor trabaja a cargas medias y bajas se inyecta poco combustible en comparación con el aire introducido de modo que en todo el volumen de la cámara hay una gran cantidad de oxígeno para completar la combustión. Sin embargo, cuando el motor trabaja a una mayor carga puede ocurrir que una parte de la cantidad de combustible inyectada no encuentre un volumen suficiente de oxigeno como para terminar la oxidación haciendo que queden tras la combustión largas cadenas de hidrocarburos parcialmente oxidadas que tienden a reagruparse y formar el hollín.

Los efectos nocivos para el medio ambiente y la salud de las personas debido a los gases de escape de los motores diésel, varían desde problemas cardiovasculares hasta enfermedades pulmonares y respiratorias crónicas, debido a los componentes contaminantes como el dióxido de azufre y las partículas de hollín.

El filtro de partículas diésel con recubrimiento catalítico va situado en el escape, cerca del motor, detrás del turbocompresor y se encarga de depurar los gases de escape en lo que respecta al contenido de hidrocarburos y monóxidos de carbono, estos contaminantes se transforman en agua y dióxidos de carbono. En virtud de que los conductos están cerrados alternadamente en dirección de entrada y salida, los gases de escape con cargas de hollín que tienen que pasar por las paredes filtrantes porosas (filtro cerámico), las partículas de hollín son retenidas en los conductos de entrada, como se muestra en la figura 1.

Debido a que las partículas de hollín son retenidas en los conductos de entrada, estas partículas comienzan a generar presiones en el filtro cerámico los cuales los vuelve propensos a resistir cargas compresivas muy altas. Estas cargas hacen que el filtro comienza a ceder hasta el punto de fracturarse, dejando atrás su funcionalidad y dañándolo

#### Figura 1 Filtro de partículas saturado



Filtro de particulas saturado = alta resistencia al flujo de los gases de escape

Fuente: (Aficionados a la Mecánica, 2014)

# Hipótesis

¿La efectividad en la caracterización mecánica de las espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de Silicio, permitirá mejorar su comportamiento mecánico?

# **Objetivos**

#### **Objetivo General**

Evaluar el comportamiento mecánico a compresión de las espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de Silicio aplicando un modelo estadístico

#### **Objetivos Específicos**

- Obtener las probetas de espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de Silicio con las condiciones necesarias para las pruebas
- Caracterizar estructuralmente las diferentes espumas obtenidas con microscopia óptica.
- Desarrollar un modelo teórico del comportamiento mecánico de acuerdo a la morfología del material.
- Diseñar y realizar las pruebas mecánicas cuasi estáticas aplicando un modelo estadístico de Weibull sobre los dos tipos de probetas analizados.
- Evaluar teóricamente la influencia de un metal sinterizado, en las estructuras de las espumas cerámicas.

# Introducción

Los materiales cerámicos celulares han sido mayormente estudiados en los últimos años debido a su uso en un gran número de aplicaciones industriales y tecnológicas. Estos estudios se deben a dos características inherentes a este tipo de materiales: el carácter refractario de la matriz cerámica y el tipo de microestructura porosa que poseen.

Una de las industrias que ha empezado la utilización de este tipo de materiales es la industria automotriz, que debido a la gran contaminación ambiental generada por sus motores ha llevado a un deterioro en la salud y la calidad de vida de los seres vivos. Uno de los principales problemas es el alto nivel de contaminación del aire ya que en el ambiente se encuentran partículas de materias en suspensión, dióxido de azufre, óxidos de nitrógeno, monóxidos de carbono, compuestos volátiles orgánicos y plomo, ocasionando problemas respiratorios graves. (Ministerio de Ambiente, 2010) (Organizacion mundial de la salud, 2011) (Montezuma, 2009).

Existe una serie de soluciones técnicas para la reducción de las emisiones de escape, las endomotrices (optimización eficaz de la combustión para que no se generen desde un principio sustancias contaminantes) y las ectomotrices (consiste en la reducción de un sistema de filtración de los gases de escape) (Aficionados a la Mecánica, 2014)

Los filtros de partículas ectomotrices utilizados para estos motores son principalmente espumas cerámicas las cuales debido a sus propiedades físicas y mecánicas pueden cumplir estas funciones, ya que su porosidad, ayuda a la filtración de los gases.

Las partículas generadas por un motor diésel son apreciables por el denso humo negro que un vehículo propulsado por este tipo de motor deja en el proceso de combustión. El diésel está formado por cadenas de hidrocarburos mucho mayores y pesadas que la gasolina. Cuando el motor trabaja a cargas medias y bajas se inyecta poco combustible en comparación con el aire introducido de modo que en todo el volumen de la cámara hay una gran cantidad de oxígeno para completar la combustión. Sin embargo, cuando el motor trabaja a una mayor carga puede ocurrir que una parte de la cantidad de combustible inyectada no encuentre un volumen suficiente de oxigeno como para terminar la oxidación haciendo que queden tras la combustión largas cadenas de hidrocarburos parcialmente oxidadas que tienden a reagruparse y formar el hollín.

El filtro de partículas diésel va situado en el escape, cerca del motor, detrás del turbocompresor y se encarga de depurar los gases de escape en lo que respecta al contenido de hidrocarburos y monóxidos de carbono, estos contaminantes se transforman en agua y dióxidos de carbono. En virtud de que los conductos están cerrados alternadamente en dirección de entrada y salida, los gases de escape con cargas de hollín tienen que pasar por las paredes filtrantes porosas (filtro cerámico) lo que permite que las partículas de hollín sean retenidas en los conductos de entrada.

Debido a que las partículas de hollín son retenidas en los conductos de entrada, estas partículas comienzan a generar presiones en el filtro cerámico los cuales los vuelve propensos a resistir cargas compresivas muy altas. Estas cargas hacen que el filtro comience a ceder hasta el punto de fracturarse, dejando atrás su funcionalidad.

Por esta razón, la presente investigación surge de la necesidad de conocer y mejorar la resistencia de estos filtros cerámicos porosos por medio de un estudio de tipo geométrico y mecánico. La investigación pretende evaluar, la influencia de cada uno de los poros del material en la resistencia mecánica a través de un análisis estadístico de Weibull, y a través de un análisis morfológico del material determinar si es posible aumentar su resistencia mecánica incluyendo una capa de metal.

Dos tipos de materiales son evaluados, filtros cerámicos de Zirconio y filtros cerámicos de Carburo de Silicio, ambos materiales adquiridos mediante la compra a la empresa Quintal S.A.<sup>1</sup>

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Quintal S.A empresa dedicada a la distribución de materiales utilizados en la industria de colaciones de aceros.

## 1. Fundamentos teóricos y antecedentes

### **1.1 Antecedentes**

Los materiales cerámicos celulares han despertado en los últimos años un interés creciente para un gran número de aplicaciones tecnológicas e industriales. Los motivos de este interés están estrechamente ligados a dos características inherentes a este tipo de materiales: el carácter refractario de la matriz cerámica y el tipo de microestructura porosa que poseen (Presas, 2008)

Los materiales cerámicos celulares juegan un papel fundamental en una gran variedad de aplicaciones tecnológicas novedosas, además de ser importantes en multitud de procesos industriales. Los nuevos procesos de fabricación y los avances que se han llevado a cabo en las técnicas existentes, han permitido la fabricación de componentes con propiedades mejoradas, una mayor gama de composiciones posibles y morfologías variadas. Hoy en día los esfuerzos por introducir los materiales celulares cerámicos en campos muy diversos son cada vez mayores y están basados en la certeza creciente de que estos materiales son especialmente adecuados para cumplir algunos requisitos de las aplicaciones tecnológicas avanzadas (Castro, 2012)

La diversidad de materiales celulares que se han logrado desarrollar ha generado un amplio abanico de técnicas de caracterización y resultados.

El comportamiento mecánico reportado en la bibliografía muestra una dependencia de la densidad relativa y la cantidad de poros que estos poseen. A continuación, se presenta un cuadro comparativo de los trabajos más destacados en el área.

AUTOR, AÑO	MATERIAL	ENSAYO
JAIN, GANESH, JOHNSON, 2002	ESPUMAS CERÁMICAS, HONEYCOMB, CAUCHO	COMPRESIÓN
FETT, RIZZI, 2004	PRUEBAS MECÁNICAS CARACTERÍSTICAS DE CERÁMICOS	UNIAXIALES Y MUTIAXIALES
OLIVEIRA, DÍAS M., 2004	ESPUMAS DE CORDIERITA	COMPRESIÓN, TENSIÓN DE FRACTURA
SALAZAR, MATESANZ, BARRENA, 2005	ESPUMAS SIC Y SIO ZRO	COMPRESIÓN RESISTENCIA AL DESGASTE
JUN-YAN, YI-MING, XIAO- MING, 2006		COMPRESIÓN
LIU, YU, ZHU, WEI, 2006	COMPUESTOS DE MATRIZ DE ESPUMAS ZN-22AL	COMPRESIÓN
FENGZHANG, ZHE, ZHANHONG, 2008	FE2O3, SIC	COMPRESIÓN
WUCHERER, NINO, 2008	ESPUMAS CERÁMICAS BATIO3 DE CELDA ABIERTA	COMPRESIÓN CONFINADA
GUPTA, YE, PORFIRI, 2009	ESPUMAS CERÁMICAS VINIL ÉSTER/VIDRIO	TRACCIÓN, COMPRESIÓN
XIAO-BING, MIN-MIN, LI- QIANG, 2011	ESPUMA SINTÁCTICA DE MATRIZ DE TITANIO	COMPRESSION, MODULO ELÁSTICO
ZARKOOB, RAD, FATHI, DADKHAH, 2011	ESPUMA DE TITANATO DE BARIO CON REVESTIMIENTO DE HIDROXIAPATITA.	COMPRESIÓN UNIAXIAL
ORBULOV, GINSZTLER 2011	ESPUMAS SINTÁCTICAS DE MATRIZ METÁLICA.	COMPRESIÓN
MIRZAEI-ALIABADI, ALIZADEH, 2011	ESPUMA DE ALÚMINA SINTETIZADA	COMPRESIÓN Y ABSORCIÓN DE ENERGÍA
BOURRET, TESSIER- DOYEN, NAÏT-ALI, 2012	ESPUMA DE KAOLIN	COMPRESIÓN
TULLIANI, LOMBARDI, PALMERO, FORNABAIO, GYBSON, 2013	ESPUMAS CERÁMICAS DE ALÚMINA, OXIDO DE ZIRCONIO, Y CLORURÓ DE ZIRCONIO	COMPRESIÓN UNIAXIAL

### 1.2 Materiales cerámicos

La palabra cerámica deriva del griego Keramicos, que significa sustancia quemada, indicando de esta manera que las propiedades deseables de estos materiales generalmente se alcanzan después de un tratamiento térmico a altas temperaturas, que abarca según esta definición a la arcilla en todas sus formas (Callister, 2000). El uso moderno del término cerámico, comprende a todos los materiales inorgánicos no metálicos, incluyendo también el geo material, rocas naturales y minerales, por poseer propiedades frecuentemente similares a las de los cerámicos técnicos y el mismo tipo de enlace químico. Los materiales cerámicos como ya se había mencionado son materiales inorgánicos no metálicos constituidos por elementos metálicos y no metálicos (óxidos, nitruros y carburos), enlazados principalmente mediante enlaces iónicos y/o covalentes. Las composiciones químicas de los materiales cerámicos varían considerablemente, desde compuestos sencillos a mezclas complejas de muchas fases unidas (Smith, 2000). Este tipo de materiales puede existir tanto en estado cristalino como en estado vítreo, o puede ser combinación de fases cristalinas y vítreas

Estos materiales tienen alta dureza y fragilidad (tendencia a la iniciación y a la propagación de las grietas), baja tenacidad y ductilidad, alta temperatura de fusión, estabilidad química relativamente alta debido a sus fuertes enlaces y baja conductividad tanto eléctrica como térmica comportándose como buenos aislantes térmicos y eléctricos (Callister, 2000).

### 1.2.1 Tipo de materiales cerámicos

Según su aplicación y procesamiento los materiales cerámicos se clasifican en:

#### Cerámicos tradicionales:

Los cerámicos tradicionales están compuestos por tres componentes básicos: arcilla, sílice y feldespato. La arcilla tiene principalmente silicatos de aluminio hidratados, con pequeñas cantidades de otros óxidos. La arcilla en estos materiales se puede conformar antes de que el material se endurezca por el fuego y constituyen el cuerpo principal del material. La sílice, también llamada sílex o cuarzo, funde a altas temperaturas y es el refractario de los cerámicos tradicionales. El feldespato potásico, funde a bajas temperaturas y se transforma en vidrio cuando la mezcla cerámica se somete a altas temperaturas uniendo los componentes refractarios (Smith, 2000)

Algunas aplicaciones de la cerámica tradicional que tienen los tres componentes básicos serían los ladrillos para la construcción, tuberías de desagüe, tejas de drenaje, tejas de cubierta, losetas para pisos, etc. Controlando la composición de la mezcla sílice, arcilla y feldespato se obtiene la porcelana, usada en sanitarios y aplicaciones eléctricas (Smith, 2000).

A pesar de las propiedades que los cerámicos tradicionales tienen existen algunas aplicaciones específicas para las cuales se han desarrollado materiales cerámicos avanzados mediante un control micro estructural e implementación de nuevas técnicas de fabricación. Por esta razón surge la llamada cerámica técnica, compuestos cerámicos con propiedades excelentes desde el punto de vista mecánico, químico, eléctrico, etc., como es el caso de la Mullita.

#### Cerámica técnica:

Las cerámicas técnicas están constituidas por compuestos puros, principalmente óxidos, carburos o nitruros. Los cerámicos de ingeniería más comunes son: la alúmina, el nitruro de silicio, el carburo de silicio y el zirconio combinados con algunos otros óxidos refractarios (Smith, 2000)

La mayoría de los materiales cerámicos, son fabricados compactando polvos o partículas en matrices que se calientan posteriormente a temperaturas elevadas para unir las partículas entre sí mediante el proceso de sinterización. La sinterización es el proceso en el que se consigue que pequeñas partículas de un material se mantengan unidas por difusión en estado sólido, es decir, se parte de un producto poroso compacto y se consigue otro denso y coherente. Los materiales cerámicos producidos por sinterización pueden conformarse mediante varios métodos en condiciones secas, plásticas, o liquidas. Los métodos de moldeado más utilizados en cerámicos son: prensado, moldeo en barbotina y extrusión (Smith, 2000)

Existen otras técnicas más avanzadas para la fabricación de cerámicos, como el SPS (Spark plasma sintering) y en el caso de recubrimientos las técnicas de PVD (physical vapor deposition), spray térmico, o CVD (chemical vapor deposition).

### 1.2.2 Propiedades mecánicas de los cerámicos

Las propiedades de algunos materiales cerámicos son mostradas en las tablas 2 y 3.

Material	Punto de fusión (C)	Coeficiente de expansión térmica (x10 <sup>6</sup> cmm/cmm)/C	Dureza knoop (HK) (100 g)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2000	-6.8	2100
BN	2732	0.57, -0.46	5000
SiC	2700	-3.7	2500
Diamante		1.02	7000
Mullita	1810	4.5	-
TiO <sub>2</sub>	1840	8.8	-
ZrO <sub>2</sub> cubico	2700	10.5	-

	Tabla 2: Propie	dades de algunos	cerámicos más	comunes	(Callister, 20	00).
--	-----------------	------------------	---------------	---------	----------------	------

**Tabla 3:** Propiedades mecánicas de algunos materiales avanzados o técnicos (Callister, 2000)

Material	Densidad (g/cm³)	Resistencia a la tensión (psi)	Resistencia a la flexión (psi)	Resistencia a la compresión (psi)	Módulo de Young (psi)	Tenacidad a la fractura (psi/pulg)
$AI_2O_3$	3.98	30000	80000	400000	56 x10 <sup>6</sup>	5000
SiC	3.1	25000	80000	560000	60 x10 <sup>6</sup>	4000
Si₃N₄ (reacción)	2.5	20000	35000	150000	30 x10 <sup>6</sup>	3000
Si <sub>2</sub> N <sub>4</sub> (calor)	3.2	8000	130000	500000	45 v10 <sup>6</sup>	5000
Sialon	3.24	60000	140000	500000	45 x10 <sup>6</sup>	9000
ZrO <sub>2</sub> (estabilizado)	5.8	65000	100000	270000	30 x10 <sup>6</sup>	10000
ZrO <sub>2</sub> (transformado)	5.8	50000	115000	250000	29x10 <sup>6</sup>	11000

Como se puede apreciar en las tablas, los materiales cerámicos tienen elevadas temperaturas de fusión y altas resistencias a la compresión, así como los valores de resistencia a la flexión y a la tensión son considerables ya que la resistencia de los materiales cerámicos depende de la distribución de los tamaños en los defectos y no se ve afectada por los movimientos de dislocaciones.

Los materiales cerámicos tienen una aplicabilidad limitada debido a sus propiedades mecánicas, las cuales en muchos aspectos son inferiores a las de los metales. La principal desventaja es la tendencia a la fractura catastrófica de forma frágil con muy poca absorción de energía (Callister, 2000)

### 1.2.3 Fractura frágil de las cerámicas

Las cerámicas cristalinas como las no cristalinas casi siempre se rompen antes de que ocurra alguna deformación plástica en respuesta a cualquier carga de tracción. El proceso de fractura frágil consiste en la deformación y propagación de fisuras a través de la sección de un material en dirección perpendicular de la carga aplicada. El crecimiento de grietas normalmente ocurre a través de los granos y a lo largo de determinados planos cristalográficos los cuales son de alta densidad atómica.

La capacidad de un cerámico de resistir la fractura cuando una grieta está presente se especifica en términos de la tenacidad de fractura (ver Ecuación (1-1)).

$$K_{Ic} = Y\sigma\sqrt{\Pi a}$$
(1-1)

Donde Y es un parámetro sin dimensiones y es una función tanto de la geometría como de la grieta,  $\sigma$  es la tensión aplicada y a es la longitud de una grieta superficial. La propagación de la grieta no ocurrirá en tanto que el término de la derecha de la expresión sea menor que la tenacidad de fractura en deformaciones planas del material. En algunas circunstancias, la fractura de los materiales cerámicos ocurre por propagación lenta de grietas, cuando la tensión es estática y el segundo término de la ecuación es menor (Callister, 2000).

### 1.2.4 Módulo de rotura

El comportamiento tensión-deformación de las cerámicas frágiles usualmente no se describe mediante ensayos de tracción ya que es difícil preparar y ensayar probetas de tracción con la geometría requerida y además existe una diferencia significativa entre los resultados obtenidos a partir de ensayos bajo cargas de tracción y de compresión. Por estas razones se emplean ensayos de flexión de tres o cuatro puntos de aplicación de las

cargas (Callister, 2000). La tensión máxima o tensión a la fractura en este ensayo de flexión se denomina módulo de rotura.

En el caso de que una probeta sea rectangular el módulo de rotura (ver Ecuación (1-2))

$$\sigma_{\rm mr} = \frac{3F_{\rm fL}}{2bd^2} \tag{1-2}$$

Donde  $F_f$  es la carga de fractura, L es la distancia entre puntos de apoyo bd es el área de la sección rectangular.

Cuando la probeta es de sección circular (ver Ecuación (1-3))

$$\sigma_{\rm mr} = \frac{FL}{\pi R^3} \tag{1-3}$$

Donde R es el radio de la probeta.

La figura 1 muestra el sistema de flexión por tres puntos para medir comportamiento esfuerzo deformación y módulo de rotura de cerámicos frágiles.

**Figura 2:** Sistema de flexión por tres puntos para medir comportamiento esfuerzo deformación y módulo de rotura de cerámicos frágiles (Callister, 2000).



### 1.2.5 Comportamiento elástico

El comportamiento elástico tensión-deformación en los materiales cerámicos ensayados a flexión posee una relación lineal entre la tensión y la deformación, la pendiente en la región elástica es el módulo de elasticidad. En la figura 3 se puede observar el comportamiento típico de tensión deformación del óxido de aluminio y del vidrio hasta la fractura.

**Figura 3:** Comportamiento típico de tensión deformación del óxido de aluminio y del vidrio hasta la fractura (Callister, 2000).



### 1.2.6 Deformación plástica

En los materiales cerámicos cristalinos, la deformación plástica tiene lugar por el movimiento de dislocaciones. Una razón de la dureza y fragilidad de estos materiales es la dificultad del deslizamiento, es decir, existen pocos sistemas de deslizamiento a lo largo de los cuales las dislocaciones pueden moverse.

En los materiales cerámicos no cristalinos la deformación plástica no ocurre por el movimiento de las dislocaciones porque no existe estructura atómica regular. Estos materiales se deforman por flujo viscoso, del mismo modo como se deforman los líquidos. La velocidad de deformación es proporcional a la tensión aplicada (Callister, 2000).

## 1.3 Materiales celulares

La palabra célula proviene del latín cella que significa pequeño compartimiento, o espacio cerrado. De aquí se puede deducir que un material celular es un material compuesto por un conjunto de pequeños compartimientos.

Se puede definir como un ensamblaje de celdas prismáticas o poliédricas (con bordes sólidos y caras) agrupadas de tal modo que forman mallas bidimensionales o tridimensionales y rellenan un plano en el espacio (Gibson & Ashby, 1999)

Se clasifican en función de su origen en, naturales tales como: coral, madera, corcho, esponja, hueso (figura 4) y artificiales tales como espumas, poliuretano, polietileno, pan y otros comestibles (figura 5).

#### Figura 4: Materiales celulares naturales



Figura 5: Materiales celulares artificiales



Los materiales celulares son sumamente porosos lo que se refleja en la densidad relativa. La densidad relativa está definida por  $\rho/\rho_s$  donde la  $\rho$  es la densidad del material celular y  $\rho_s$  es la densidad del solido celular, se distinguen los sólidos celulares de los porosos por la densidad relativa en ambos (figura 6). Los materiales celulares tienen una densidad relativa entre 0,02 y 0,2%, la densidad relativa en los sólidos porosos es superior a 0,3 (Gibson & Ashby, 1999).



Figura 6: Comparación entre un sólido celular y un material poroso (Gibson & Ashby, 1999)

### 1.3.1 Estructura

Los sólidos celulares en función de la estructura interna se clasifican en bidimensionales y tridimensionales (figura 7)

Figura 7: Clasificación de los sólidos celulares según su estructura.



La estructura del solido será de celda abierta cuando la masa se encuentre contenida en las aristas de la celda, es una red interconectada de pequeñas barras similares a vigas (Figura 8).


Figura 8: Espuma de níquel de celda abierta. (Presas, 2008)

La estructura será de celda cerrada cuando la masa se halle concentrada en las aristas y caras de las celdas aislando cada celda de las contiguas (Figura 9).

Figura 9: Espuma de níquel de celda cerrada (Presas, 2008).



Una de las características más importante en los materiales celulares es la conectividad. En el caso de materiales celulares bidimensionales la conectividad es la cantidad de bordes de celda que concurren en un punto. En el caso de materiales celulares tridimensionales se definen dos conectividades: la conectividad de bordes, que es la misma de los bidimensionales, y la conectividad de caras, que es el número de caras que concurren en un vértice.

Las formas poligonales típicas de celdas bidimensionales se muestran en la figura 10.

**Figura 10:** Principales formas de las celdas en sólidos celulares bidimensionales: (a) triángulo equilátero, (b) triángulo isósceles, (c) cuadrado, (d) paralelogramo, (e) hexágono regular y (f) hexágono irregular (Lorna, Gibson, & Ashby, 2010)



Estos polígonos pueden agruparse de diferentes formas generando diferentes mallas (figura 11).

Figura 11: Principales formas de agrupamiento de celdas formando sólidos celulares bidimensionales (Lorna, Gibson, & Ashby, 2010)



Para solidos tridimensionales existe un gran número de celdas unitarias poliédricas como se observa en la figura 12.

**Figura 12:** Principales formas de las celdas en solidos celulares tridimensionales: a) tetraedro, b) prisma triangular, c) prisma rectangular, d) prisma hexagonal, e) octaedro, f) dodecaedro rómbico, g) dodecaedro pentagonal, h) tetracaidecaedro, e i) icosaedro (Lorna, Gibson, & Ashby, 2010).



Los poliedros agrupados crean cuerpos tridimensionales (figura 13). En este caso pueden definirse dos conectividades, conectividades de borde y conectividades de cara. Las conectividades con otro conjunto de parámetros como el número de bordes promedio por cara y el número de caras promedio por celda se utilizan para el cálculo de la densidad relativa.

**Figura 13**: Formas de agrupamiento de celdas: (a), (b) y (c) formando sólidos celulares bidimensionales y (d) y (e) formando sólidos celulares tridimensionales (Lorna, Gibson, & Ashby, 2010)



# 1.3.2 Fabricación

Los materiales celulares pueden elaborarse casi a partir de cualquier material. Los materiales más utilizados son los polímeros, pero pueden utilizarse también, metales, cerámicas, vidrios, e incluso materiales compuestos. Aunque los procesos de fabricación son muy numerosos y muy variados, se pueden resumir en los siguientes (Castro, 2012)

- Fabricación de panales de abejas:
- Corrugación
- > Expansión
- > Moldeo
- Extrusión
- Fabricación de espumas:
- Mediante agentes expansivos (polímeros y vidrios)
- Inclusión de sólidos en estado líquido (espumas metálicas)
- > Anodizado (proceso en sólido para espumas metálicas)
- Sinterización (proceso para espumas metálicas y cerámicas)

En lo que concierne a los materiales celulares naturales la mayoría se generan a partir de procesos de crecimiento como ocurre en la madera y en los huesos o del agrupamiento de organismos tales como los corales y ciertos nidos de insectos.

### 1.3.3 Propiedades

Las propiedades de los sólidos celulares dependen en gran parte de la densidad relativa. Este parámetro es de mucha utilidad ya que puede calcularse fácilmente. Dependiendo de las propiedades del solido del cual está hecho el material celular (polímero, metal, o cerámico), la topología (conectividad), forma de las celdas y la densidad relativa pueden variar las propiedades de estos materiales. Las propiedades de los sólidos celulares pueden medirse a través de los mismos métodos que se usan para los sólidos densos, en la figura 14, se indica el intervalo abarcado por algunas propiedades de diversos solidos celulares comparadas con la de los sólidos convencionales. Algunas de estas propiedades los hacen aptos para cumplir funciones que los otros solidos no son capaces de cumplir (Chen w. L. f., 2002).



Figura 14: Propiedades de los sólidos celulares comparadas con otros materiales ingenieriles (Gibson & Ashby, 1999)

Dentro de las propiedades mecánicas se destaca la baja rigidez que tiene, lo cual los hace aptos para cumplir funciones de amortiguación. También soportan grandes deformaciones en compresión, por lo que son capaces de absorber grandes cantidades de energía, son buenos aislantes térmicos también ya que contienen en su interior grandes cantidades de aire, similarmente su porosidad los convierte en buenos aislantes acústicos. La mayor dificultad de estos materiales es medir sus propiedades mecánicas debido a su configuración morfológica.

Brenzy y Green, (1989), estudiaron el comportamiento de los materiales cerámicos de celda abierta, la investigación partió de que los modelos teóricos que describen la resistencia y la tenacidad de fractura establecen una dependencia de las propiedades del material con respecto a la densidad relativa, la resistencia de cada barra y el tamaño de celda. Su trabajo se centró en medir la tenacidad de fractura y la resistencia mecánica de tres materiales de alúmina de celda abierta de distintas densidades analizando los resultados con los modelos de Gybson y Ashby (Brezny & Green, evaluation of strut strength in open cell ceramics, 1989).

Brenzy et al. 1989, analizaron la resistencia de las barras en las espumas cerámicas de celda abierta, parten del hecho de que los materiales cerámicos celulares dependen de la resistencia del material de la matriz, siendo este parámetro en ocasiones difícil de cuantificar. La resistencia de las barras resultó ser constante con la densidad, pero se incrementó sustancialmente para los tamaños de celda menores (Brezny & Green, fracture behavior of open cell ceramics, 1989).

Brenzy y Green, 1990, estudiaron el efecto del tamaño de celda en el comportamiento mecánico de los materiales celulares. Midieron el módulo de elasticidad, la tenacidad de fractura, la resistencia a flexión y a compresión, en función del tamaño de celda para una espuma de carbono vítreo. Los resultados obtenidos por estos autores muestran que las espumas de carbono se ajustan adecuadamente al modelo de Gybson y Ashby (Brezny & Green, the effect of cell size on the mechanical behavior of cellular materials, 1990).

Singh y Salem, 2002, estudiaron las propiedades mecánicas y la microestructura de los materiales cerámicos de carburo de silicio fabricados a partir de precursores de madera. Observaron que existían variaciones en la microestructura y en la densidad de las preformas de carbono debido a los distintos tipos de madera. Obtuvieron una correlación entre el módulo de elasticidad y la densidad del material (Singh & Salem, 2002).

Vipin Jain et al, 2002, investigaron el efecto de la encapsulación de goma en el comportamiento mecánico comparativo entre las espumas cerámicas y los "honeycombs", observaron que la encapsulación no tenía un efecto significativo en el aumento de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos (Vipin , Johnson, Ganesh, Saha, & Mahajan, 2003).

Martínez-Fernández et al. 2003, abordaron el estudio en la relación entre la microestructura y la resistencia a la compresión y a la fluencia, a alta temperatura para distintos tipos de carburo de silicio biomórfico obtenido a partir de tres maderas diferentes. Observaron que este material con su microestructura con porosidad altamente interconectada, presenta a temperaturas a las cuales el carburo de silicio no se deforma plásticamente, una disminución continua del ritmo de deformación durante los ensayos de fluencia debido a la falta de mecanismos para acomodar los deslizamientos de los bordes de grano (Martínez fernández, Muñoz, de arellano, & Feria, 2003).

Capítulo 1

F.A. Costa Oliveira et al, 2004, investigaron la mecánica de las espumas de cordierita de celda abierta bajo compresión. Utilizaron la sección transversal de la muestra y la carga máxima de rotura para evaluar la tensión de fractura. Como las espumas no eran completamente planas se utilizó una capa polimérica de milímetros de espesor para ayudar a que la carga fuera uniforme en toda la espuma. Encontraron que la densidad de las espumas de cordierita aumenta con el contenido en solido de las suspensiones. La resistencia a la compresión aumentó debido al aumento de la fracción de volumen (suspensiones) como se lo esperaban (Costa Oliveira, Dias, Fatima vaz, & Cruz Fernandez, 2006).

Gómez de Salazar et Al, 2005, investigaron la resistencia a la compresión y la resistencia al desgaste de las espumas cerámicas de compuestos poliméricos. Utilizaron dos diferentes espumas cerámicas SiC y SiO ZrO con tamaño de célula de 3 cada uno y 10, 20 y 30 PPI. Observaron que a medida que iba incrementando el esfuerzo, el material pierde su forma estructural y comienzan a romperse las celdas debido a que el aumento de la fuerza genera fisuras. También encontraron que el módulo de Young cambia linealmente con la densidad (Gómez de Salazar, Barrena, Morales, & Matesanz, 2006).

Costa Oliveira et al, 2006, estudiaron el comportamiento de espumas de cordierita de celda abierta bajo compresión, sus resultados demuestran que las resistencias a compresión de las espumas de cordierita se incrementan al incrementarse la densidad relativa del material celular, de acuerdo con las predicciones teóricas. No obstante, destacan que parece haber cierta influencia en la distribución de la resistencia de las barras puesto que estas contenían un gran número de grietas y defectos resultado del proceso de fabricación (Costa oliveira , Dias, & Vaz, 2006).

ZHANG Jun-yan et al, 2006, investigaron las propiedades de compresión de espumas cerámicas de celda abierta. Observaron que el comportamiento de las espumas cerámicas a compresión, tiene tres zonas características: una zona linear, una meseta de pandeo y una zona de densificación, pero la región elástica es muy pequeña. También observaron que las dos espumas utilizadas tienen un comportamiento similar pero no se superponen lo que indicó que la espuma cerámica es anisotrópica, debido al método de fabricación. También observaron que las respuestas de las espumas cerámicas frente al

39

comportamiento mecánico muestran que dependen de la velocidad de deformación y de la densidad relativa que tengan las espumas (Zhang & fu, 2006).

Jiaan Liu et al, 2006, investigaron la Correlación entre las adiciones de cerámica y las propiedades de compresión de compuestos de matriz de espumas Zn-22AL. Observaron que frente a ensayos de compresión las espumas exhiben tres regiones características una región elástica linear y zona de pandeo y una zona de densificación (Jiaan & sirong, 2006).

Ren Fengzhang et al, 2008, investigaron los efectos de la concentración de Fe2O3 sobre la microestructura y las propiedades del SiC basados en espumas cerámicas. Descubrieron que a medida que aumenta la concentración de Fe2O3 aumenta el esfuerzo a la compresión (Fengzhang & Zhe, 2009).

Laurel Wucherer et al, 2008, investigaron las propiedades mecánicas del BaTiO3 espumas cerámicas de porosidad abierta. Para los ensayos a compresión utilizaron un sistema de pruebas de compresión confinadas ya que las espumas en trabajos anteriores tendían a colapsar por los lados de la muestra, por esta razón utilizaron este método. Obtuvieron que la respuesta del esfuerzo-deformación en compresión está altamente relacionado con la densidad relativa de las espumas, a medida que esta aumentaba el esfuerzo de compresión también aumentaba. Este trabajo se basó netamente en la región elástica, pero se puede ver el comportamiento general de la espuma: una zona elástica lineal y una zona de meseta de pandeo (Wucherer & Nino, 2009).

Nikhil Gupta et al 2009, investigaron la comparación de las características de tracción y compresión del vinil ester/vidrio espumas cerámicas de microbalon. La caracterización mecánica de la espuma se ve representada en que muestra una zona elástica linear para ambos casos. La resina pura y las espumas sintácticas muestran el mismo perfil empezando por la zona elástica linear y pasando a una zona de deformación. Cuando se aumentaba la compresión, la tensión iba aumentando significativamente. El aumento del esfuerzo es mucho mayor en la resina pura, mientras que para las espumas depende del tipo y de la fracción de volumen de las microbolas. La tasa de compresión se mantuvo constante de acuerdo a las normas ASTM. Observaron que todas las composiciones de espumas sintácticas muestran una zona elástica, una meseta de pandeo y una zona de

densificación y obtuvieron que el módulo de compresión aumenta a medida que disminuye la velocidad de deformación. También observaron que el módulo disminuye a medida que la fracción en volumen de las microbolas también disminuía (gupta, ye, & porfiri, 2010).

Xiao-bing et al, 2011, investigaron el comportamiento a compresión y el módulo elástico de una espuma sintáctica de matriz de titanio. Fueron utilizadas 5 muestras de las mismas características a esfuerzos de carga y descarga de 30 60 90 MPa y se promediaron estos valores para determinar los valores del módulo elástico. Observaron que el comportamiento de las espumas que tenían menos volumen de fracción tenía un mejor comportamiento frente a la fuerza aplicada para la compresión. Los resultados obtenidos fueron corregidos mediante la máquina de ensayos zwick (Xiao-bing, Li-qiang, & Min-min, 2012).

ZARKOOB et al, 2011, realizaron una investigación del comportamiento mecánico de la espuma de titanato de bario con revestimiento de hidroxiapatita, donde realizaron un ensayo de compresión uniaxial sobre muestras compactas. Utilizaron un dispositivo de prueba de materiales que tiene dos placas de acero móviles, controlaban el desplazamiento de las placas por medio de un computador el cual movía las placas a una velocidad de 1.27mm/min. una de las palcas tenía un sensor de fuerza para medir las fuerzas aplicadas al material. Observaron que los huecos grandes hacen que colapse la estructura de la espuma, estas fallas locales hacen que la estructura completa colapse por lo tanto el diagrama de esfuerzo desplazamiento no cambia. También observaron que no es considerable el aumento de la resistencia a la compresión de las espumas con o sin recubrimiento (Zarkoob & Ziaei-rad, 2012).

Imre Norbert Orbulov y János Ginsztler, 2011, investigaron las características de compresión de las espumas sintácticas de matriz metálica. Realizaron ensayos de compresión con probetas cilíndricas de 14 milímetros de diámetro (figura 15) y altura de 21 milímetros.



Figura 15: Comportamiento de las espumas sintácticas de matriz metálica (orbulov & ginsztler, 2012)

En la primera parte las secciones de A B fue completamente una región elástica. En la segunda sección del punto B al C la deformación plástica de la matriz comienza, al final de esta sección en el punto C la tensión llego a la resistencia a la compresión, este esfuerzo es importante porque muestra la capacidad de carga que tiene la estructura. Después del punto C aparece la primera fractura es allí donde las micro bolas comienzan a fracturasen hasta llegar al punto E donde empieza la zona de densificación pura. En general concluyeron que en el diagrama de compresión se puede dividir en tres partes generales. El pico de fuerza (fuerza de compresión), la tensión (tensión de fractura), la rigidez estructural y el área bajo la curva (la energía absorbida mecánica) (orbulov & ginsztler, 2012).

Mostafa Alizadeh y Morteza Mirzaei-Aliabadi, 2011, investigaron las propiedades de compresión y el comportamiento de absorción de energía del compuesto de espuma de alúmina sinterizada mediante la técnica de porta espacio. La prueba de compresión se realizó de acuerdo a la norma ASTM E9-89. Observaron tres zonas generales, una zona de deformación elástica linear, una larga meseta de pandeo y una zona de densificación. También observaron que el aumento en la densidad relativa de las espumas no afectaba la zona o meseta de pandeo, encontraron también que la pendiente de las curvas de

compresión esfuerzo deformación no se ve afectado por la densidad relativa y que en cambio la pendiente de las curvas de compresión esfuerzo-deformación aumentaba con el aumento de la velocidad de deformación. Además, observaron que el módulo de Young y el esfuerzo de compresión de las espumas incrementan por razón de fracción de volumen en las muestras (Alizadeh & Mirzaei-Aliabadi, 2012).

J. Bourret et al, 2012, investigaron el efecto de la fracción de volumen del poro sobre la conductividad térmica y las propiedades mecánicas del caolín basadas en espumas. Los ensayos de compresión realizados por los autores fueron aplicados por una máquina de ensayos universal a una velocidad de deformación de 0.5mm/min. Todas las espumas tuvieron un comportamiento similar, una región elástica linear y una meseta de pandeo, menos la de volumen de fracción volumétrica de poro del 57% la cual en el comportamiento mecánico el esfuerzo de fluencia y el módulo de Young aumentó considerablemente. Esta espuma se comportó como un material frágil exhibiendo un fallo catastrófico. Esto se debe a que la muestra no es totalmente porosa ni totalmente solida por ende aumenta su resistencia a la compresión, pero la vuelve frágil (Bourret & Tessier-doyen, 2012).

L.J. Gibson et al, 2013, analizaron el Desarrollo y caracterización mecánica de nuevas espumas cerámicas fabricadas por gel-casting. Desarrollaron nuevas espumas con materiales de alúmina, oxido de zirconia y cloruró de zirconia, en probetas de 10 mm de diámetro y 20 mm de altura. Ellos observaron que para los materiales cerámicos se presenta una región elástica linear que se registra a esfuerzos bajos, entonces los esfuerzos puntuales progresivamente rompen y el daño se acumula capa por capa. Estos materiales son sometidos a un colapso progresivo con la formación y propagación de grietas en las paredes celulares, la porosidad y la composición influyen en el comportamiento mecánico de estos materiales (Lombardi, Tulliani, & Gibson, 2013).

# 1.4 Modelo Gibson-Ashby

### 1.4.1 Análisis del comportamiento mecánico

Las curvas del esfuerzo a compresión - deformación de materiales celulares tienen tres regiones características: a) una región elástica, b) una meseta de pandeo y c) una región de densificación (figura 16).

Figura 16: Curva esfuerzo-deformación en compresión de una espuma elastómera (Meyers & chawla., 2009).



Figura 17: Estructura de células abiertas (Meyers & chawla., 2009)



# 1.4.2 Región elástica

Ashby y Gibson desarrollaron expresiones que predicen la mecánica desarrollada para una geometría de celda abierta que representa materiales celulares con una densidad relativa baja. La figura 18 representa la estructura de celdas abiertas, se compone de vigas rectas con sección transversal cuadrada, donde se plantean tres constantes elásticas para estas regiones: el módulo de elasticidad (E), el módulo de corte (G) y el coeficiente de poisson (V). Ellos dedujeron una ecuación para hallar la densidad relativa en términos de la longitud (I) y el espesor (t) planteados en la estructura de celdas abiertas (ver Ecuación (1-4))

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} = c_1 \left(\frac{t}{l}\right)^2 \tag{1-4}$$

Donde  $c_1$  es una constante de proporcionalidad (Meyers & chawla., 2009)

Cuando la célula es sujetada por una carga compresiva esta se deflecta, La columna vertical empuja las vigas horizontales y causa que estas se doblen. Una fuerza F en cada columna produce una deflexión  $\delta$  en la viga (figura 18)

Figura 18: Configuración bajo cargas compresivas [Meyers, Chawla 2009]



Para la viga con una sección transversal cuadrada con lado t, (ver Ecuación (1-5)) se tiene:

$$I = \frac{t^4}{12} \tag{1-5}$$

La teoría de la viga afirma que la deflexión  $\delta$  está dada por: (ver Ecuación (1-6))

$$\delta = c_2 \frac{Fl^2}{E_s I} \tag{1-6}$$

Donde  $c_2$  es una constante,  $E_s$  es el módulo de Young del sólido.

El esfuerzo actuando en la celda es realizado por la fuerza F por (cada fuerza F es compartida por dos celdas vecinas (ver Ecuación (1-7))):

$$\sigma = \frac{F}{l^2} \tag{1-7}$$

La deformación e es realizada por la deflexión (ver Ecuación (1-8)) por:

$$E = \frac{2\delta}{l} \tag{1-8}$$

Por lo tanto, el módulo de Young  $E^*$  (ver Ecuación (1-9)) está dado por:

$$E^* = \frac{E_s}{2C_2 l^4} = \frac{E_s t^4}{24C_2 l^4} \tag{1-9}$$

Esto puede ser expresado en función de la densidad (ver ecuación (1-10)) por:

$$\frac{E^*}{E_s} = \frac{C_1}{24C_2} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2$$
(1-10)

Las medidas experimentales indican que  $\frac{C_1}{24C_2}$  debe ser aproximadamente igual a 1. Por lo

tanto:

$$\frac{E^*}{E_s} \sim \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 \tag{1-11}$$

Similarmente una expresión para el módulo de corte puede ser obtenida:

$$\frac{G}{E_s} = \frac{3}{8} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2$$
(1-12)

### 1.4.3 Pandeo plástico

A un cierto nivel de deformación, el comportamiento elástico se muestra a manera de deformación plástica. Las ecuaciones de Gibson y Ashby se basan sobre la formación de bisagras plásticas a las regiones donde las vigas terminan (Maiti SK, 1984).

En el caso de deformación plástica  $\sigma = \sigma_y$ , los esfuerzos actuando en la sección transversal son uniformes, la tracción encima del eje neutro y la compresión por debajo del eje neutro también son uniformes por lo tanto el momento plástico  $M_p$  alrededor del eje neutral corresponde a (Meyers & chawla., 2009):

$$M_p = F \frac{t}{2} \tag{1-13}$$

La tensión de fluencia es relacionada para *F* por:

$$\sigma_y = \frac{F}{t\frac{t}{2}} \tag{1-14}$$

Por lo tanto, sustituyendo:

$$M_p = \frac{1}{4}\sigma_y \tag{1-15}$$

Pero, tomando la viga con longitud  $\frac{L}{2}$  y considerando la fuerza  $\frac{F}{2}$  aplicada para cada una de las dos bisagras se obtiene:

$$\sigma_y = \frac{1}{4}Fl \tag{1-16}$$

El esfuerzo global actuando sobre la espuma es la fuerza *F* dividida por el área sobre la que actúa  $l^2$ :

$$\sigma_{\rho}^* = \frac{F}{l^2} \tag{1-17}$$

De las ecuaciones tomamos:

$$\frac{\sigma_{\rho}^*}{\sigma_{\mathcal{Y}}} = \left(\frac{t}{l}\right)^3 \tag{1-18}$$

Substituyendo se obtiene:

$$\frac{\sigma_{\rho}^{*}}{\sigma_{y}} = C_{1}^{-3/2} \left(\frac{\rho^{*}}{\rho_{s}}\right)^{3/2}$$
(1-19)

# 1.4.4 Zona de densificación

El modelo desarrollado por Fishmesiter y Arzt se basa en la respuesta plástica de polvos sometidos a cargas de compresión. ellos asumen que cada partícula (inicialmente esférica) tenía z vecinos y que el número de vecinos incrementa con la densidad. Una vez más la densidad relativa es,  $D = \frac{\rho}{\rho_s}$ . Para el sólido el número de coordinación es de 12. Esto es igual para el número de coordinación por átomo en la estructura FCC y HCP, por lo tanto:

Z = 12D

La figura 19 muestra un polvo (partículas esféricas) antes de y durante la deformación plástica.

Las partículas experimentan una deformación en los puntos de contacto cuando la presión externa se incrementa.

Figura 19: Partículas esféricas antes y durante la deformación plástica (Meyers & chawla., 2009)



El área promedio de contacto entre los vecinos, A incrementa desde  $A_0 = 0$  por 1/12 del área de superficie de la partícula,  $4 * \pi * R^2$ , ya que los puntos de contacto están aplanados, aumenta su área de superficie. El área máxima es igual al total de la superficie de la esfera dividida por el número de vecinos, es decir:

$$A = \frac{\pi (D - D_0)}{3(1 - D_0)} R^2$$

Donde 
$$D = D_0$$
,  $A = 0$  y cuando  $D = 1$ ,  $A = 4\pi \frac{R^2}{12} = \frac{(\frac{\pi}{3})}{R^2}$ .

R es el radio de la partícula.

La fuerza aplicada para cada región de contacto, F, es relacionada para la presión externa por (ver Ecuación (1-20)).

$$F = \frac{4\pi R^2}{ZD} P \tag{1-20}$$

Esta fuerza dividida por el área de contacto, A, dada la presión promedio sobre la partícula en la región de contacto  $P_p$  (ver Ecuación (1-21))

$$P_p = \frac{F}{A} = \frac{4\pi R^2}{AZD}P \tag{1-21}$$

El esfuerzo requerido para hacer una indentación en una superficie es igual a aproximadamente  $3\sigma_y$  donde  $\sigma_y$  es el esfuerzo de fluencia del material (ver Ecuación (1-22)).

$$3\sigma_y = \frac{4\pi R^2}{AZD}P\tag{1-22}$$

Sustituyendo:

$$P = Z\sigma_0 \frac{D(D-D_0)}{4(1-D_0)}$$
(1-23)

Lo que se pretende con las ecuaciones en la zona de densificación es plantear un modelo de plasticidad en base a una fuerza de compresión aplicada para determinar una presión total y a partir de esto hallar la deformación (Meyers & chawla., 2009)

# 1.5 Materiales cerámicos celulares.

Los materiales cerámicos celulares juegan un papel fundamental en una gran variedad de aplicaciones tecnológicas novedosas, además de ser importantes en multitud de procesos industriales. Los nuevos procesos de fabricación y los avances que se han llevado a cabo en las técnicas existentes, han permitido la fabricación de componentes con propiedades mejoradas, una mayor gama de composiciones posibles y morfologías variadas. Hoy en día los esfuerzos por introducir los materiales celulares cerámicos en campos muy diversos son cada vez mayores y están basados en la certeza creciente de que estos materiales son especialmente adecuados para cumplir algunos requisitos de las aplicaciones tecnológicas avanzadas (Castro, 2012)

## 1.5.1 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos celulares son fundamentales en muchas aplicaciones, en aquellos casos en donde el componente celular tiene como función principal la estructura. No obstante, las propiedades mecánicas son muy importantes para aplicaciones cuya principal función no es de tipo estructural o mecánico, tales como aislamiento térmico, filtros, catalizadores, o combustión controlada, debido a que estas aplicaciones implican la aparición de tensiones mecánicas que han de ser soportadas por el componente celular para que funcionen de modo satisfactorio.

Como se ha venido mencionando, las propiedades de este tipo de materiales dependen fundamentalmente de la porosidad y la densidad relativa. La dependencia de la porosidad del material se cuantifica mediante modelos basados en la cantidad y tipo de la misma (Gibson & Ashby, 1999)

### 1.5.2 Permeabilidad

La porosidad de un material representa un porcentaje que relaciona el volumen que ocupan los poros en un volumen unitario de material; esto es si la porosidad es del 50% significa que la mitad del material está constituida por poros y la otra mitad por partículas sólidas. Pero no nos habla de cómo están conectados los poros, para ello recurrimos a la porosidad eficaz, que se refiere a la porosidad representada por aquellos espacios por los que puede circular un fluido, es decir aquellos que están comunicados. La permeabilidad de un material es la capacidad que este tiene de transmitir un fluido, un material será más permeable cuando sea poroso y los poros sean de gran tamaño y estén conectados (Facultad de Educación - Dpto. Didáctica de las Ciencias Experimentales, s.d.).

Para determinar el valor de la porosidad se hace pasar un fluido de viscosidad conocida a través de la probeta de dimensiones también conocidas. Luego se determina la tasa de flujo y el gradiente de presión. (ver Ecuación (1-24))

$$q_x = \left(\frac{k}{\mu}\right) \left(\frac{dP}{dL}\right) \tag{1-24}$$

Donde *k* es la permeabilidad intrínseca,  $\frac{dP}{dL}$  representa el gradiente de presión que permite el movimiento del fluido y µ es la viscosidad del mismo.

Se resalta que esta es la ley de Darcy generalizada para cualquier tipo de fluido (Silva).

La permeabilidad de Darcy de las espumas cerámicas de celda abierta oscila entre los valores de  $10^{-11} y \, 10^{-7} m^2$ . Los parámetros que influyen en esta propiedad del material son la distribución del tamaño de celda y la porosidad total. Si la porosidad aumenta a valores entre el 80 y 90% y el tamaño de celda se hace mayor, se producen incrementos no lineales de gran magnitud en el valor de la permeabilidad de Darcy (Moreira, 2004)

### 1.5.3 Propiedades térmicas

Gran parte de los materiales cerámicos celulares se usan en aplicaciones a alta temperatura, como lo son: materiales aislantes, intercambiadores de calor, receptores solares y quemadores porosos. Como consecuencia, el conocimiento de las propiedades térmicas y un valor adecuado de las mismas es esencial para el diseño de una aplicación específica.

La conductividad térmica es una de las propiedades térmicas más importante de estos materiales cuando son utilizados para aplicaciones a alta temperatura. La ley de Fourier describe el transporte de calor en un medio e incluye una definición de la conductividad térmica. De acuerdo con esta ley el transporte de calor es proporcional a la conductividad térmica y al gradiente de temperaturas (Incropera & Witt, 2008)

$$q' = -\lambda \nabla T \tag{1-25}$$

Donde q' indica la densidad de flujo de calor y *T* la temperatura en grados kelvin.

La conductividad térmica de los cerámicos celulares varía entre  $0.1 y 1 W.m^{-1k-1}$  y puede reducirse aún más disminuyendo el tamaño de celda si se mantienen valores de densidad reducidos.

Otra propiedad térmica importante es la resistencia al choque térmico. En las espumas cerámicas es muy buena debido a su bajo coeficiente de expansión térmica, que para este tipo de materiales varían entre 1 y 9x10<sup>-6k-1</sup> (R., 1991)

# 1.5.4 Propiedades acústicas

La mayoría de materiales cerámicos celulares de celda abierta poseen celdas de dimensiones reducidas. Esta característica hace que sean especialmente adecuados para absorber las ondas sonoras cuando inciden sobre ellos. La velocidad de propagación de las ondas se reduce y la resistencia inducida por los efectos de viscosidad provoca una atenuación de las ondas.

El comportamiento acústico depende de la estructura de las celdas que forman el material y es relativamente independiente del tipo de material usado en la matriz. Así los metales celulares se comportan de un modo similar a los materiales cerámicos celulares, si la estructura de las celdas es la misma (Castro, 2012) (Chen w. Z. b., 1999)

# **1.6 Aplicaciones**

• Filtros de espumas cerámicas (CFFs) de alta eficiencia y eficacia para eliminar inclusiones no deseadas en metales fundidos

En el procesado de metales fundidos las etapas de fundición, transporte y aleación del metal necesarios para su moldeo y obtención de la forma final de la pieza introduce, con frecuencia inclusiones no metálicas no deseadas en el metal fundido, estas inclusiones pueden traer defectos que convierten el producto final en inservible.

Los CFFs se empezaron a usar en 1974 para filtrar aluminio fundido usado en la producción de aleaciones de aluminio forjado. Las aplicaciones comerciales en la industria del aluminio empezaron en 1976. La filtración de piezas individuales fundidas para su moldeo comenzó con el aluminio en 1977, siguiéndole el hierro en 1983. En la actualidad, la filtración a través de materiales celulares cerámicos juega un papel esencial en el procesado de varios metales (M. & P, 2005)

• Filtros de gases superficiales o profundos

Las espumas cerámicas usadas para la filtración de metales fundidos, presentan un eficiente uso como soporte de catalizadores por su elevada estabilidad térmica y alta porosidad.

Dentro de las aplicaciones para filtración de gases, destaca el uso de cerámicos celulares como filtros de partículas en motores diésel, dispositivo que elimina las partículas de carbono de los gases de combustión de estos motores. Hay dos factores que determinan si el filtro es adecuado o no: el rendimiento de la filtración debe ser lo suficientemente alto y el filtro debe ser lo suficientemente poroso como para mantener una contrapresión baja en el motor.

Las espumas cerámicas presentan una microestructura que hace que el gas fluya en su interior a través de un camino tortuoso, lo que hace que el rendimiento de la filtración sea elevado, mientras que la contrapresión es lo suficientemente baja, siempre que la densidad de la espuma no sea elevada (Saraco & Specchia ), (O., P., & G, 2000).

#### Muebles para horno

Los muebles para horno son artículos móviles, parecidos a apoyos o mesas que son necesarios y útiles para quemar materiales a altas temperaturas, es decir, muebles utilizados para transportar materiales quemados.

Las ventajas de los materiales cerámicos celulares en estas aplicaciones son: vida útil mayor, mejor uniformidad de la atmosfera que rodea al objeto que se quema, reducción de las fuerzas friccionales generadas durante la contracción del objeto, químicamente inertes, de tal forma que no reaccionan con la atmosfera ni con el objeto quemado y de bajo costo (Hasselman D.P.H., 1969).

#### • Estructuras para el crecimiento celular

La enfermedad más común de los huesos es la osteoporosis, que produce la perdida de la densidad del hueso y afecta todas las personas durante el proceso de envejecimiento. El hueso es un material compuesto natural formado por colágeno (polímero), mineral de hueso (cerámico). El colágeno es una cadena triple de proteínas en hélice, que posee una elevada resistencia a flexión y a tracción y proporciona una estructura para el hueso. El mineral de hueso es un cerámico que contribuye a la dureza y resistencia a compresión del hueso.

El único tratamiento para los casos severos de osteoporosis en las articulaciones es la sustitución total de la articulación. Así pues, hay una gran demanda de sustitutos sintéticos especialmente diseñados y fabricados para funcionar como estructura soporte para el crecimiento de células y tejidos, para hacer posible la regeneración de los tejidos a su estado y funciones naturales. Los materiales cerámicos celulares están siendo utilizados en aplicaciones relacionadas con la reconstrucción de huesos y en aplicaciones ortopédicas donde es necesario el desarrollo de estructuras de soporte altamente porosas e inertes (J.R. & L.L., 2001), (J.E., L., T., A.J., & Gibson I.R., 2002).

# 2. Método estadístico

# 2.1 Desarrollo experimental

Para describir el comportamiento mecánico de esta clase de materiales, un número de modelos micro-mecánicos se han desarrollado donde la deformación de la muestra en bulto se predice a partir de la deformación de una celda unitaria. Se supone que la celda representa correctamente el modo de deformación del material en bulto. Las variedades de geometrías celulares han sido seleccionadas para caracterizar esta microestructura que van desde simples cubos a dodecaedros complejos.

Todos los modelos describen las propiedades como una función de parámetros tales como la densidad relativa y tamaño de la celda. En la evaluación de los modelos, en general se supone que las propiedades de los struts (barras cilíndricas que conforman las celdas unitarias) son los mismos que los de la mayor parte del material y no tiene ninguna relación la variación de la densidad o tamaño de la celda que se considera.

La base estadística más fuerte para materiales celulares se basa en la hipótesis del eslabón más débil (Montgomery, 2004). Varios investigadores han señalado que las microestructuras de estos materiales contienen muchos defectos en el procesamiento. Claramente, la mejora en las propiedades de los "struts" es un elemento clave en la optimización del comportamiento mecánico de este material (Brezny & Green , fracture behavior of open cell ceramics, 1989).

Se ha mencionado que la función de probabilidad más conocida para la caracterización de la distribución de la resistencia en los materiales frágiles es la distribución de Weibull, la cual se basa en la hipótesis del eslabón más débil (Jadaan, 2003). Generalmente, la función de la distribución de Weibull puede utilizarse para la investigación de muchos fenómenos, donde la probabilidad de un acontecimiento en una parte del objeto es igual a la probabilidad del acontecimiento en el objeto en su conjunto, como una cadena que se rompe cuando uno de sus eslabones más débiles falla.

Existen diferentes métodos para estimar los parámetros de Weibull, que incluyen la Regresión Lineal (LR), los Momentos y la Probabilidad Máxima (ML), (Wu, Zhou, & Li,

2006), (Khalili & Kromp, 1991), (Bergman, 1984), (Wu D., Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method, 2004) (Gong, 1999) (C. Lu, 2002)

El objetivo de la campaña experimental fue obtener resultados suficientemente completos sobre resistencia de compresión de filtros frágiles cerámicos de Zirconio y Carburo de Silicio. Para ello se han realizado ensayos de compresión simple sobre estos filtros midiendo el esfuerzo de compresión máximo. Con el fin de generar un diseño experimental que se acople a la resistencia de los filtros, se trabajó con el análisis estadístico de Weibull.

#### Tamaño de muestra

El numero representativo de muestras ensayadas da una mejor fiabilidad al análisis estadístico de Weibull. Ahora una de las preguntas más frecuentes es si la distribución de Weibull siempre se ajusta mejor a los datos de resistencia que no cumplen una distribución normal, lo cual ha generado varias investigaciones. Inicialmente, R. Danzer (Danzer, Some notes on the correlation between fracture and defect statistics: are Weibull statistics valid for very small specimens?, 2006), llevó a cabo experimentos con pequeñas muestras y observó que la teoría de Weibull suficiente en la estimación del comportamiento mecánico debido a que el origen de la fractura es superior al volumen eficaz de las muestras.

Lu et al., investigaron el esfuerzo de cerámicos de Si3N4, SiC y ZnO y reportaron que la distribución normal encaja mejor en el esfuerzo de ZnO que la distribución de Weibull. Bsu et al., llevaron a cabo un análisis estadístico de resistencia del compuesto monolítico ZrO2, ZrO2-TiB2, vidrio y Si3N4 usando modelos de probabilidad de Weibull, normal, log-normal, gama y distribuciones exponenciales generalizadas y reportó que las distribuciones de Weibull, pueden describir mejor la medida de resistencia.

Nohut y Lu (Nohut & Lu, 2012), aplicaron distribuciones de Weibull, log-normal y normal para el análisis de resistencia de cerámicos dentales con diferentes composiciones, concluyendo que la resistencia es acorde a la distribución de Weibull.

Danzer et al., investigaron el efecto del número de probetas o especímenes de nitruro de silicio para hallar los parámetros de Weibull y determinaron que mínimo 30 muestras deberían ser analizadas o probadas para la determinación de los parámetros de Weibull

con una desviación estándar razonable. (Danzer, Lube, & Supancic, Monte Carlo simulations of strength distributions of brittle materials: type of distribution, specimen and sample size, 2001).

El tamaño relativo de las probetas puede afectar las propiedades mecánicas de las espumas, debido a que durante los ensayos las caras laterales de las probetas quedan libres, por lo que las paredes de celda en dichas caras están menos restringidas y contribuyen menos a la resistencia y a la rigidez; como resultado el módulo de elasticidad y la resistencia tienden a incrementarse a medida que aumenta L/d (siendo L el tamaño de la probeta y d el tamaño de la celda). Por regla general los efectos de borde se hacen insignificantes para tamaños relativos de probetas aproximadamente mayores a 7 (Ashby, Evans, J.W., H.N.G., & Gibson, 2000), (h. & b., 2002). (X. Fan, 2011)

Siendo este el punto de partida para la compra del material y de acuerdo a esta configuración puesta por los diferentes autores se adquieren 15 muestras de Zirconio y 15 de carburo de silicio de las mismas características, diámetro 0.05m y altura 0.05m.

Todas las muestras ensayadas en esta tesis son filtros de Zirconio y Carburo de Silicio comerciales utilizados en colaciones de hierro, para procurar la mayor homogeneidad posible, provienen de un mismo lote.

# 2.2 Distribuciones de probabilidad de Weibull

Para describir el comportamiento de compresión de los cerámicos, se utiliza la distribución de probabilidad acumulada de Weibull. Esta distribución responde a la siguiente ecuación (Weibull, 1951):

$$F = 1 - \exp\left[-Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
(2-1)

Dónde:

F: probabilidad de fractura del material, F = 0 no hay fractura y F = 1 hay fractura.

*Ve*: volumen efectivo. Es el volumen equivalente al que debería someterse una muestra del material en tensión o compresión, para que falle de manera similar a la muestra en flexión.

 $\sigma$ : esfuerzo en tensión o compresión aplicado al material.

 $\sigma_o$ : esfuerzo característico. Es una propiedad del material sin un significado físico concreto, simplemente define qué tan elevados o bajos son los valores de la distribución de esfuerzos.

*m*: módulo de Weibull. Define qué tan dispersa es la distribución del esfuerzo.

Se calcula el esfuerzo a compresión y se ordenan comenzando del valor menor hacia el valor mayor y se asigna un numero correlativo "i" a cada valor del esfuerzo. si algún valor del esfuerzo esta repetido, se descarta.

A partir de este número correlativo se le asigna una probabilidad de fractura a cada esfuerzo, esta probabilidad se calcula de la siguiente manera:

$$F = \frac{i - 0.5}{N} \tag{2-2}$$

Donde *N* es el número total de esfuerzos que hay dentro del ensayo.

Luego se ajusta la ecuación de probabilidad de fractura del material (*F*) a los valores de  $\sigma$  y *F*, esto significa encontrar los valores de *Ve*,  $\sigma_0$  y *m* que hacen que al sustituir  $\sigma$  en la ecuación se obtenga el valor correspondiente de *F*, de esta manera el ajuste se hace a través de la ecuación 2-1 así:

$$F = 1 - \exp\left[-Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
$$ex p\left[-Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] = F - 1$$
$$-Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m = \ln(1 - F)$$
$$Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m = -\ln(1 - F)$$
$$\ln(Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m) = \ln[-\ln(1 - F)]$$
$$\ln(Ve) + mln\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right) = \ln[-\ln\left(\frac{1}{1 - F}\right)]$$
$$(Ve) + mln(\sigma) - mln(\sigma_0) = \ln[\ln\left(\frac{1}{1 - F}\right)]$$

 $\ln(\text{Ve}) - \min(\sigma_0)$ : valor constante para todos los esfuerzos.

Luego tomando los datos nos queda de la siguiente forma:

ln

$$x = \ln(\sigma) \tag{2-3}$$

$$y = \ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] \tag{2-4}$$

$$\mathbf{b} = \ln(\mathrm{Ve}) - \min(\sigma_0) \tag{2-5}$$

Entonces la ecuación de Weibull la podemos escribir como: b + mx = y. esta es la ecuación de una línea recta (Wu D., Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method, 2004).

Grafico 1 representación gráfica de una línea recta



Utilizando mínimos cuadrados, se ajustan los valores de x y y a la línea recta, donde:

$$Y = mx - b$$
  

$$M = modulo \ de \ Weibull$$
  

$$b = l n(Ve) - m ln \ (\sigma_0)$$

De lo anterior sabemos que:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = \ln(Ve) + mln(\sigma) - mln(\sigma_0)$$

Cuando  $\sigma = \sigma_0$ , F = 0.6321, al sustituir se obtiene que:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = 0$$

Por lo tanto, despejando  $\sigma_0$  se obtiene el esfuerzo característico:

$$0 = \ln(Ve) + mln(\sigma) - mln(\sigma_0)$$

Además, se obtiene despejando el volumen efectivo (Ve):

$$-mln(\sigma_0) = ln(Ve) + mln(\sigma)$$

La ecuación de Weibull es entonces:

$$F = 1 - \exp\left[-Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

Grafico 2 representación gráfica de la ecuación de Weibull



En general, si bien la resistencia probabilística de materiales puede modelarse por medio de diferentes funciones, se han realizado análisis previos que, aunque no son concluyentes al respecto, muestran que el mejor análisis suele ser aquel en que se trabaja con la distribución de probabilidad de Weibull (Wu D., Improved Estimation of Weibull Parameters

with the Linear Regression Method, 2004), (Elgueta, Díaz, Zamorano, & Kittl, 2007), (Basu, Tiwari, Kundu, & Prasad, 2009).

De todas maneras, es importante tener en cuenta que de no ajustarse los datos a una distribución de Weibull, se debe trabajar con otras distribuciones de probabilidad sin embargo se ha analizado la representatividad que se logra con otras distribuciones y entre las que mejor caracterizan los cerámicos, se encuentran las distribuciones Normal y Log-Normal (Basu, Tiwari, Kundu, & Prasad, 2009).

#### 2.2.1 Mínimos cuadrados

El método de mínimos cuadrados consiste en buscar el mínimo de la función determinada por la regresión lineal de la ecuación que se detalla a continuación (Instituto de Fisica)

$$y(\lambda) = Ln\left[Ln\left(\frac{1}{1-f_{(\lambda)}}\right)\right] = mLn(\lambda) + Ln(\frac{V}{S_0\lambda_0^m})$$
(2-6)

$$y(\lambda) = Ln\left[Ln\left(\frac{1}{1-f_{(\lambda)}}\right)\right] = mLn(\lambda - \lambda_l) + Ln(\frac{V}{S_0\lambda_0^m})$$
(2-7)

En que  $F(\lambda)$  se determina de los resultados experimentales. Primero se determinan los parámetros de acuerdo al número de parámetros a utilizar, luego se determina un  $\lambda_L$  aproximado, que corresponde a la tensión bajo la cual no hay falla y se comienza a trabajar con las ecuaciones. El conjunto de parámetros que minimice la suma de cuadrados de las distancias entre los valores experimentales de Y( $\lambda$ ) y los valores teóricos de Y( $\lambda$ ) son aquellos seleccionados.

Para el caso de la función de Weibull de cuatro parámetros este método se puede utilizar directamente, con leves modificaciones (un poco más complejas) al utilizado para la distribución de Weibull de tres parámetros.

### 2.3 Caracterización morfológica.

La caracterización morfológica se realizó por medio del estéreo-microscopio y mediante microscopia electrónica de barrido.

#### Estéreo microscopio

La caracterización morfológica de las espumas de Carburo de Silicio se realizó con el estéreo microscopio OLYMPUS SZX12 de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, el cual se muestra en la Fotografía 1. Se examinaron varios filtros de Carburo de Silicio para determinar valores como diámetro de celda, longitud de las paredes, espesor de pared, diámetro de las paredes y longitudes de triángulos, a diferentes aumentos y diferentes posiciones de luz así mismo diferentes inclinaciones respecto al observador según las muestras.

Fotografía 1: Estéreo Microscopio [Fuente: autor]



#### Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Para la caracterización por SEM se escogieron las probetas de Zirconio con un comportamiento mecánico a compresión promedio. Allí se analizó de la misma manera el diámetro de celda, longitud de las paredes, espesor de pared, diámetro de las paredes y longitudes de triángulos internos. El equipo utilizado corresponde al SEM FEI QUANTA 200 de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá el cual se observa en la Fotografía 2.

Fotografía 2: Microscopio electrónico de barrido (SEM) [Fuente: autor]



# 2.4 Caracterización mecánica

Para la caracterización mecánica de los filtros cerámicos de Zirconio y Carburo de Silicio se realizaron ensayos mecánicos a compresión.

# 2.4.1 Ensayo de compresión

Los ensayos de compresión se realizaron teniendo en cuenta las características generales expuestas en este capítulo, con una maquina universal de ensayos Autograph AG-IS de 5 KN (probetas de Zirconio) y 30KN (Probetas de Carburo de Silicio), en el laboratorio de ensayos mecánicos, UNAL – Bogotá, las condiciones de los ensayos a compresión se encuentran en las siguientes tablas:

 Tabla 4: Condiciones ensayo a compresión Zirconio.

Material	Zirconio	
Humedad relativa	70.9%	
Temperatura del laboratorio	17 °C	
Equipo utilizado	Autograph AG-IS	
Fecha de calibración	1 febrero de 2012	
Celda de carga	5KN	
Velocidad del ensayo	0.5 mm/min	
Dimensiones probeta	50x50 mm	

Material	Carburo de Silicio		
Humedad relativa	70.9%		
Temperatura del laboratorio	17 °C		
Equipo utilizado	Autograph AG-IS		
Fecha de calibración	1 febrero de 2012		
Celda de carga	30KN		
Velocidad del ensayo	0.5 mm/min		
Dimensiones probeta	50x50 mm		

 Tabla 5: Condiciones ensayo a compresión Carburo de Silicio.

# 3. Resultados y análisis

# 3.1 Caracterización morfológica

A partir de la caracterización morfológica del material se plantea un modelo teórico del comportamiento mecánico a compresión de los filtros porosos de Zirconio y Carburo de Silicio, teniendo en cuenta que para mejorar la resistencia de este material se desea incluir una capa de metal en el interior de las barras que lo conforman.

### 3.1.1 Densidad

Para el cálculo de la densidad se midió el volumen de cada uno de los filtros cerámicos de zirconio y carburo de silicio (fotografía 3). Sobre cada material se realizaron las medidas de cada una de las dimensiones y se calculó la media. Con la masa de cada uno de los filtros se obtuvo la densidad real de cada espuma en términos absolutos y relativos (3.1) y (3.2).

$$Densidad = \frac{Masa}{Volumen}$$
(3.1)

$$Densidad \ relativa = \frac{Densidad \ del \ material \ celular}{Densidad \ del \ solido \ celular}$$
(3.2)

Dado que los filtros cerámicos de zirconio y carburo de silicio tenían las mismas dimensiones se tomaron los veinte filtros (10 zirconio y 10 carburo de silicio) y se realizaron las respectivas mediciones. En la tabla 5 se muestra las densidades correspondientes al material.

Material	Densidad del material celular (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad del solido celular (g/cm³)	Densidad relativa (%)
Zirconio	0.779	3.88	15.74
Carburo de Silicio	0.457	2.99	20.06

Tabla 6 Densidades de las espumas de Zirconio y Carburo de Silicio.

Fotografía 3 medición densidades de los filtros de Carburo de Silicio y Zirconio



## 3.1.2 Morfología del Zirconio y Carburo de silicio

La caracterización morfológica se basó en la toma de fotografías por medio de microscopia óptica a través del estereoscopio y microscopia electrónica de barrido. Con estas fotografías se pudo determinar las dimensiones características de cada uno de los filtros cerámicos de zirconio y carburo de silicio, teniendo en cuenta la medición de cada una de las probetas compradas, se determinó la media para cada una de las siguientes dimensiones en las siguientes fotografías.



Fotografía 4 Longitud de celda del Zirconio

Fotografía 5 Longitud de struts del Zirconio



#### Fotografía 6 diámetro de struts del Zirconio



Fotografía 7 base y altura del triángulo de Zirconio




Fotografía 8 Longitud de celda del Carburo de Silicio

Fotografía 9 Longitud de struts del Carburo de Silicio





Fotografía 10 diámetro de struts del Carburo de Silicio

Fotografía 11 altura triángulo de Carburo de Silicio







# 3.2 Análisis teórico: Zirconio y Carburo de Silicio con y sin metal.

## 3.2.1 Modelo teórico, struts rectangulares

El análisis morfológico se hizo con el fin de conocer las dimensiones del material y así analizar el comportamiento mecánico a través de su geometría. De acuerdo al capítulo 2 presente en este trabajo, Ashby-Gibson deducen la densidad relativa a partir de la longitud *I* y el espesor *t* de una celda unitaria abierta (figura 20), esta ecuación es modificada de acuerdo al trabajo de Maheo et al (Maheo, et al., 2013), ya que, tras la polimerización, aparecía dentro de los "struts" otro material (Figura 21).



Figura 20: Representación de la celda unitaria modelo Gibson - Ashby

Figura 21: Celda modificada (Maheo, et al., 2013)



De acuerdo a esta nueva configuración Maheo et al, plantean un modelo a partir de la ecuación de densidad relativa planteada por Ashby y Gibson (ecuación 1-4), teniendo en cuenta que dentro de los "struts" existía otro material obteniendo:

$$\rho^* \alpha \frac{t^2}{t^2} \left\{ \rho_1 \left( 1 - \left( 1 - 2\frac{e}{t} \right)^2 \right) + \rho_2 \left( 1 - 2\frac{e}{t} \right)^2 \right\}$$
(3-3)

Donde (véase Fig. 21):

e= espesor del material 1

t= altura de la barra

l= longitud de la celda unitaria.

## 3.2.2 Aplicabilidad del modelo al material

De acuerdo a lo analizado por Gibson, Ashby (Gibson & Ashby, 1999), y Laurent Maheo et al. (Maheo, et al., 2013), y de acuerdo a las características particulares de estos materiales, el objetivo es analizar el comportamiento mecánico mejorándolo de tal manera que se incluya dentro de los struts un metal. De esta manera se plantea un modelo similar a trabajar de acuerdo a la figura 22.



Figura 22: Material ideal formado por Zirconio-metal o Carburo de Silicio-metal

El material de referencia (Fotografía 13) consta de dos características:

- 1. Material poroso a base de Zirconio y Carburo de Silicio.
- 2. Hueco en el centro de las terminaciones cuadradas (struts).

Fotografía 13: Configuración morfológica de los struts de Zirconio.



De manera ideal se plantea una ecuación con base en la ecuación (1-4) y (3-3) de densidad relativa deducida por Ashby-Gibson y Maheo et al respectivamente.

La figura 22 muestra la morfología ideal del material tomando una configuración cubica para la celda unitaria.

Morfológicamente se establece que el hueco que existe entre los struts (cubico) esté definido de la siguiente manera:

$$\left(1 - \left(1 - \frac{2e_1}{t}\right)\right)^2 \tag{3-4}$$

Luego se define el espacio con respecto al hueco y al segundo material que aparece dentro de los struts, es decir:

$$\left[\rho_2\left(1-\left(\left(1-\frac{2e_1}{t}-\frac{2e_2}{t}\right)^2\right)\right)\right] - \left[\left(1-\left(1-\frac{2e_1}{t}\right)\right)^2\right]$$
(3-5)

Y por último se añade el material representativo de la celda unitaria obteniendo:

$$\rho^* \alpha \frac{t^2}{l^2} \left( \rho_1 \left( 1 - \left( 1 - 2\frac{e_1}{t} \right)^2 \right) \right) + \left[ \rho_2 \left( 1 - \left( \left( 1 - \frac{2e_1}{t} - \frac{2e_2}{t} \right)^2 \right) \right) \right] - \left[ \left( 1 - \left( 1 - \frac{2e_1}{t} \right)^2 \right]$$
(3-6)

Dónde:

e1= espesor del material 1 e2= espesor del material 2 t= altura de la barra l= longitud de la celda unitaria

Nótese que a comparación de Maheo et al., la ecuación para la densidad relativa cumple con los parámetros establecidos (dos materiales con hueco en el centro), para la celda unitaria ideal planteada en forma cubica.

De una manera similar y observando la figura 4, los struts o terminaciones de las celdas no son específicamente cuadrados. De este modo y de manera ideal se asume que las barras tienen una forma cilíndrica y en su interior un respectivo hueco triangular. Varios autores como F.A. Costa Oliveira et al. (Costa Oliveira, Dias, Fatima vaz, & Cruz Fernandez, 2006), Rasto Brezny et al. (CQ, R, & DJ, 1990), etc. comparten esta misma característica.

#### 3.2.3 Esfuerzo a compresión, struts rectangulares

El esfuerzo compresivo de espumas cerámicas depende de varios factores como la estructura y la densidad relativa (Elnasri I., 2007). Tanto la microestructura como la macro estructura tienen una influencia fuerte sobre el comportamiento mecánico de las espumas cerámicas.

Estudios de materiales celulares frágiles han demostrado que existe una relación entre el esfuerzo de compresión  $\rho_{cf}$  y la densidad relativa  $\frac{\rho_{cf}}{\rho_s}$ . Suponiendo que la celda unitaria del material es de celda abierta esta se representa como una matriz cubica de "struts" de sección transversal cuadrada t y longitud l, Gibson y Ashby desarrollaron modelos capaces de explicar el comportamiento mecánico de estos materiales ya que el modo de deformación de los "struts" y paredes está completamente identificado. El modelo de flexión micro mecánica desarrollada por Ashby y Gibson asume que la mecánica de una celda unitaria puede ser aplicada para describir la total deformación de las espumas y que la dependencia de  $\sigma_{cf}$  con  $\frac{\rho_{cf}}{\rho_s}$ . de espumas frágiles depende del hecho en el cual ocurre el colapso cuando el momento flector comienza a aplicarse a los "struts", por lo tanto, el momento de fractura (ver Ecuación (3-7)) es:

$$M_f = \frac{1}{6}\sigma_{fs}t^3 \tag{3-7}$$

Donde  $\sigma_{fs}$  es la resistencia a fractura del material de los "struts".

Bajo estas condiciones la resistencia a compresión de la espuma  $\sigma_{cf}$  puede ser calculada (ver Ecuación (3-8)) a través de la relación:

$$\frac{\sigma_{cf}}{\sigma_{fs}} = C_1 \left(\frac{\rho_{cf}}{\rho_s}\right)^{\frac{3}{2}}$$
(3-8)

Donde  $\rho_{cf}$  es la densidad aparente de la espuma cerámica,  $\rho_s$ , es la densidad del solido de los "struts" y  $C_1$  es una constante geométrica característica de la forma de la celda

unitaria encontrada que es igual a 0.65 para espumas frágiles de celda abierta mediante el ajuste de la ecuación teórica de datos limitados [Maiti, S. K et Al]. [Zhang y Ashby] derivan una solución analítica para esta constante, asumiendo un tipo de celda unitaria como un dodecaedro sugirieron un valor de 0.16 (Gibson & Ashby, 1999).

Luego para un strut con terminación cuadrada, incluyendo dos materiales y hueco rectangular se obtiene el esfuerzo:

2

$$\frac{\sigma_{cf}}{\sigma_{fs}} = C_1 \left( \frac{\rho_{cf}}{\frac{t^2}{l^2} \left( \rho_1 \left( 1 - \left( 1 - 2\frac{e_1}{t} \right)^2 \right) \right) + \left[ \rho_2 \left( 1 - \left( \left( 1 - \frac{2e_1}{t} - \frac{2e_2}{t} \right)^2 \right) \right) \right] - \left[ \left( 1 - \left( 1 - \frac{2e_1}{t} \right)^2 \right] \right)^{\frac{1}{2}} \right]$$

## 3.3 Modelo teórico, Struts Cilíndricos

De acuerdo a los modelos planteados de densidad relativa y esfuerzo a compresión del material y teniendo en cuenta la morfología se plantea un modelo teórico.

Los materiales fabricados a partir del método de réplica con Zirconio (Fotografía 14) o con Carburo de Silicio (Fotografía 15), poseen la siguiente configuración en los "struts":

Fotografía 14: fotografía de un strut de Carburo de Silicio.





Fotografía 15: Fotografía de un strut de Zirconio

Como se puede observar en las fotografías 14 y 15, los struts poseen una configuración cilíndrica con un hueco triangular en el centro. Esta configuración determina una nueva forma de plantear la densidad relativa de este material. (ver Ecuación (3-9)).

$$\rho^* \alpha \frac{t^2}{l^2} \left( \rho_1 \right) \left( \frac{\pi R^2 - \frac{bh}{2}}{\pi R^2} \right)$$
(3-9)

Dónde:

t= altura de la barra

l= longitud de la celda unitaria

R= radio de la barra

b= base del triangulo

h= altura del triangulo

De acuerdo a la ecuación 3-6 para la densidad relativa y con base a esta nueva configuración ideal del material se propone que el esfuerzo a compresión está dado por:

$$\frac{\sigma_{cf}}{\sigma_{fs}} = C_1 \left( \frac{\rho_{cf}}{\frac{t^2}{l^2} (\rho_1) \left( \frac{\pi R^2 - \frac{bh}{2}}{\pi R^2} \right)} \right)^{\frac{3}{2}}$$
(3-10)

Dónde:

 $\sigma_{fs}$ = esfuerzo de los struts t = altura de la barra l = longitud de la celda unitaria R = radio de la barra b = base del triangulo h = altura del triangulo  $\rho_{cf}$ : densidad aparente de la espuma cerámica  $C_1$ : constante geométrica característica de la forma de la celda unitaria

Uno de los valores característicos dentro de la ecuación es el esfuerzo de los "struts" denotado por  $\sigma_{fs}$ . Este esfuerzo es analizado detalladamente mostrando que el "strut" se asemeja a una barra empotrada en ambos extremos (Figura 24).

Figura 23: Barra empotrada similar a un strut.



Determinando matemáticamente y buscando una relación para determinar el valor de estas barras se obtiene:

$$\sigma = \frac{PL}{S}$$
(3-11)

P: es la fuerza ejercida a la barra L: es la longitud de la barra S = I/C: es el momento de inercia sobre el área transversal de la barra. Por lo tanto:

$$\sigma = \frac{PL}{\frac{l}{C}}$$
(3-12)

Dónde: C = D y se obtiene:

$$\sigma = \frac{PLD}{I}$$
(3-13)

Reemplazando:

$$\sigma = \frac{PLD}{\frac{\pi D^4}{64} - \frac{bh^3}{36}}$$
(3.14)

Obtenemos:

$$\sigma_{fs} = \frac{36PLD}{9\pi D^4 - 16bh^3}$$
(3-15)

Donde *P* es la carga de comprensión, *D* es el diámetro exterior del strut y b y h son la base y altura del agujero triangular del interior del strut.

 $\sigma_{fs}$ : es el valor matemático al cual obedece el esfuerzo a flexión de las barras.

Teniendo en cuenta esta deducción y reemplazando en la ecuación de esfuerzo a compresión (Ecuación 3-8) para cualquier material que tenga esta configuración con centro hueco triangular se obtiene:

$$\sigma_{cf} = C_1 \left( \frac{\rho_{cf}}{\frac{t^2}{l^2} (\rho_1) \left( \frac{\pi R^2 - \frac{bh}{2}}{\pi R^2} \right)} \right)^{\frac{3}{2}} \left( \frac{36PLD}{9\pi D^4 - 16bh^3} \right)$$
(3-16)

Siendo  $\sigma_{cf}$ , el esfuerzo a compresión que soporta una celda unitaria del material.

En la tabla 7 se puede apreciar el esfuerzo que soporta una celda unitaria de zirconio y de carburo de silicio a medida que se aumenta la fuerza de compresión, debido a la ecuación 3-16.

**Tabla 7** Esfuerzo de compresión teórico de una celda unitaria de Zirconio y Carburo de Silicio

Fuerza (N)	$\sigma_{cf}$ teórico Zirconio(Pa)	$\sigma_{cf}$ teórico Carburo de Silicio(Pa)
100	9.97x10^11	1x10^12
400	3.98 x10^12	4 x10^12
700	6.98 x10^12	7 x10^12
1100	1.09 x10^13	1.1 x10^13
1400	1.39 x10^13	1.4 x10^13
1700	1.69 x10^13	1.7 x10^13

Los resultados en la tabla 7 se toman con base en la caracterización morfología hecha a las celdas unitarias de zirconio y carburo de silicio expuestas en el apartado anterior.

## 3.3.1 Compuesto Zirconio- metal, Carburo de Silicio-metal

De la misma manera que se calcula el esfuerzo a compresión del material con centro triangular hueco, se obtiene una ecuación para el compuesto de Zirconio-metal y Carburo de Silicio-metal, ahora teniendo en cuenta que existe dentro de los struts un nuevo material aparte del hueco triangular (Figura 25) se plantea una nueva ecuación de densidad y esfuerzo a compresión de acuerdo a esta morfología.



Figura 24: Configuración compuesto Zirconio o Carburo de Silicio- metal

En base a esta nueva configuración y a los resultados obtenidos anteriormente, se desarrolla una nueva ecuación para la densidad relativa:

$$\rho^* \alpha \, \frac{t^2}{l^2} \left( (\rho_1) \left( \frac{\pi R^2 - \frac{bh}{2}}{\pi R^2} \right) + \left( (\rho_2) \left( \frac{\frac{bh}{2} - \frac{bphp}{2}}{\pi R^2} \right) \right) \right)$$
(3-17)

Con base a este modelo y aplicando el desarrollo del esfuerzo a compresión se obtiene:

$$\sigma_{cf} = C_1 \left( \frac{\rho_{cf}}{\frac{t^2}{l^2} ((\rho_1) \left(\frac{\pi R^2 - \frac{bh}{2}}{\pi R^2}\right)) + ((\rho_2) \left(\frac{\frac{bh}{2} - \frac{bph}{2}}{\pi R^2}\right)} \right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{36PLD}{9\pi D^4 - 16bh^3}\right)$$
(3-18)

Dónde:

 $\rho_1$ = densidad Zirconio o Carburo de Silicio.

 $\rho_2$ = densidad metal

R= radio Zirconio o Carburo de Silicio

- b= base del triángulo
- h= altura del triángulo
- bp= base del triángulo hueco
- hp=altura del triángulo hueco

A partir de esta ecuación, se calculó de una manera teórica e ideal el esfuerzo a compresión que está soportando una celda unitaria del material, teniendo en cuenta la morfología y la carga que se le aplica, es decir, si se agregara una capa de metal en este caso, como ejemplo el cobre con una densidad de 8960kg/m3 se obtiene:

 Tabla 8 Esfuerzo teórico del Zirconio-Metal, Carburo de Silicio-Metal.

Fuerza (N)	$\sigma_{cf}$ Zirconio-Cobre (Pa)	$\sigma_{cf}$ Carburo de Silicio-Cobre (Pa)
100	31587195,76	16217671,48
400	126348783,1	64870685,92
700	221110370,3	113523700,4
1100	347459153,4	178394386,3
1400	442220740,7	227047400,7
1700	536982328	275700415,1

La tabla 8 en comparación con los resultados del modelo teórico de la tabla 7 muestra una disminución del esfuerzo que soportaría una celda unitaria de material solo añadiéndole una capa de espesor 0.10mm de cobre en el interior de los struts, es decir, aumentaría la resistencia del cerámico poroso en un intervalo de 80 a 90 %.

# 3.4 Caracterización Mecánica y Análisis estadístico de Weibull

## 3.4.1 Esfuerzo a compresión, Zirconio

Los ensayos han sido realizados en una máquina electromecánica Instron. La carga se ha aplicado a una velocidad de desplazamiento constante de 0.5mm/min.

Para la caracterización mecánica se han ensayado un total de 15 filtros. De cada ensayo se ha medido la carga máxima que puede soportar a una fuerza máxima de la máquina de 1700N.

El comportamiento del esfuerzo a compresión de cada uno de los filtros, es difícil de analizar debido a que no se tiene un comportamiento lineal en el material. Este comportamiento se presenta ya que cada uno de los filtros está compuesto por diferentes celdas unitarias que se van fracturando a lo largo de la prueba y por esta razón la curva de esfuerzo-deformación presenta una variedad de picos altos y bajos (Grafico 3).



Grafico 3 Grafica Esfuerzo-Deformación, Probetas de Zirconio

Nota: la sigla FZ corresponde a Filtro de Zirconio.

En el grafico 3 se puede observar una gran diferencia en el comportamiento a compresión de los filtros cerámicos de zirconio, debido a que el material no se comporta de manera lineal. Para cada probeta se definen tres zonas características: una región elástica, una meseta de pandeo y una región de densificación [Meyers, Chawla 2009]. Dentro de este tipo de materiales no está definida hasta qué punto va la zona elástica pues el comportamiento de estos filtros muestra una gran cantidad de picos lo que hace difícil conocer el esfuerzo máximo que puede soportar. La meseta de pandeo que oscila en entre valores de deformación del 40 al 80% (aproximadamente) muestra un comportamiento atípico donde no se sabe cuándo el material está llegando a su límite de compresibilidad.

El análisis del esfuerzo a compresión de este tipo de materiales, se ha basado en el estudio de sus celdas unitarias, puesto que la teoría escrita por los autores, (Hoda Zarkoob et al, Ashby m et Al, F.A. Costa Oliveira et Al, Brezny R. y Green J), demuestra que cada pico corresponde a el rompimiento de cada una de las celdas unitarias en la zona elástica lineal (Figura 25).



Figura 25 Representación de picos en la zona elástica lineal del Zirconio

## 3.4.2 Esfuerzo a Compresión, Carburo de Silicio

De la misma manera que se analizó el filtro cerámico de zirconio se procede a analizar el filtro cerámico de Carburo de Silicio (grafico 4) obteniendo:



Grafico 4 Grafico Esfuerzo-Deformación, Probetas de Carburo de Silicio

Nota: la sigla FCS corresponde a Filtro de Carburo de Silicio

Al igual que el grafico 3, el material de Carburo de Silicio no se comporta de manera ideal, y también se pueden observar las tres regiones generales de este tipo de materiales: una región elástica, una meseta de pandeo y una región de densificación.

De manera similar al grafico de Zirconio la región elástica posee una serie de picos que no permite evaluar el esfuerzo máximo a compresión, la meseta de pandeo oscila entre el 20 y 35 % de deformación.





En la figura 26, se pueden observar los picos representativos de la zona elástica lineal del Carburo de Silicio.

## 3.4.3 Análisis estadístico de Weibull, Probetas de Zirconio

En los cerámicos existe una dispersión considerable de defectos, es decir, existen muchos defectos de tamaño diferente. Estos defectos son generados durante la etapa de fabricación del material. Por esta razón la resistencia de compresión de estos materiales tiene valores dispersos. Esto significa que piezas fabricadas con el mismo material cerámico pueden fallar a valores diferentes de las fuerzas aplicadas.

Para describir el comportamiento de compresión del filtro de Zirconio, se utiliza la distribución de probabilidad acumulada de Weibull. Esta distribución responde a la ecuación 2-1:

$$F = 1 - \exp[-Ve\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m]$$

Con cada uno de los valores obtenidos de esfuerzo (picos de la zona elástica lineal) para los filtros se calcula el esfuerzo a compresión que sufre cada una de las celdas unitarias para que llegue a la fractura y se le asigna el numero correlativo (tabla 9). Por la cantidad de datos (aproximadamente 2600) se muestra en la siguiente tabla solo 15 de ellos como ejemplo.

σ(MPa)	i	F
-0,00026	1	0,000191865
-0,00017	2	0,000575595
-0,00009	3	0,000959325
0,00000	4	0,001343054
0,00009	5	0,001726784
0,00035	6	0,002110514
0,00069	7	0,002494244
0,00104	8	0,002877974
0,00121	9	0,003261704
0,00173	10	0,003645434
0,00181	11	0,004029163
0,00233	12	0,004412893
0,00276	13	0,004796623
0,00311	14	0,005180353
0,00328	15	0,005564083

Tabla 9 Probabilidad de Fractura asignada a las celdas unitarias de Zirconio

Luego a partir de las ecuaciones 2-3, 2-4 y 2-5 obtenemos los valores para x, y, b y graficamos:



Grafico 5 Ecuación de la recta para el filtro de Zirconio utilizado en este trabajo

Para el ajuste de los valores x y y del grafico 5, se utiliza mínimos cuadrados obteniendo:

$$Y = 1.1542 - 0.6977$$
  
m = 1.1542 (modulo de Weibull)  
b = -0.6977 = ln(Ve) - mln ( $\sigma_0$ )

De lo anterior sabemos que:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = ln(Ve) + mln(\sigma) - mln(\sigma_0)$$

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = -0.6977 + 1.1542\ln(\sigma)$$

Cuando  $\sigma = \sigma_0$ , F = 0.6321, al sustituir se obtiene que:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = 0$$

Por lo tanto:

$$0 = -0.6977 + 1.1542\ln(\sigma_0)$$

$$\sigma_0 = 0.55 MPa : esfuerzo característico$$

Además:

$$-0.6977 = \ln(\text{Ve}) - \min(\sigma_0)$$
$$-0.6977 = \ln(\text{Ve}) - (1.1542)\ln(0.55)$$
$$Ve = 1$$

La ecuación de Weibull entonces es:

$$F = 1 - \exp[-1\left(\frac{\sigma}{0.55}\right)^{1.1542}]$$

Al graficar la ecuación se obtiene:





En el grafico 6, se puede observar que en entre 0.2 y 0.8 MPa existe una probabilidad alta de que el material se fracture, por encima de 0.8 MPa el material se fractura y por debajo de 0.2Mpa la probabilidad de fractura del material es pequeña. Además, si se aumenta el módulo de Weibull m los intervalos de probabilidad tienden a disminuir de manera considerable.

Zirconio	Módulo de Weibull (m)	Esfuerzo característico (MPa)
Probeta 1	1.1424	0.55
Probeta 2	1.0303	0.73
Probeta 3	1.0453	0.42
Probeta 4	0.8511	0.56
Probeta 5	1.0225	0.47
Probeta 6	1.1219	0.73
Probeta 7	0.9651	0.40
Probeta 8	0.9297	0.50
Probeta 9	1.2287	0.76
Probeta 10	1.0164	0.64
Probeta 11	0.7247	0.31
Probeta 12	1.0529	0.50
Probeta 13	1.1695	0.65
Probeta 14	1.0238	0.56
Probeta 15	1.1517	0.38

Tabla 10 módulo de Weibull y esfuerzo característico del Zirconio

## 3.4.4 Análisis estadístico de Weibull, Carburo de Silicio

Del mismo modo, utilizando la ecuación 2-1, se asigna un numero correlativo a la probabilidad de fractura (tabla 11)

Tabla 11 Probabilidad de Fractura asignada a las celdas unitarias de Carburo de Silicio

σ(MPa)	i	F
0,000524995	1	0,002016129
0,002147033	2	0,006048387
0,003942417	3	0,010080645
0,00582943	4	0,014112903
0,008025988	5	0,018145161
0,010368657	6	0,022177419
0,013035732	7	0,026209677
0,015995021	8	0,030241935
0,019234142	9	0,034274194
0,022750621	10	0,038306452
0,02638844	11	0,04233871

0,030080743	12	0,046370968
0,033820094	13	0,050403226
0,037675841	14	0,054435484
0,04145234	15	0,058467742

Luego a partir de las ecuaciones 2-3, 2-4 y 2-5 obtenemos los valores para x, y, b y graficamos.

Entonces la ecuación de Weibull la podemos escribir como: b + mx = y. esta es la ecuación de una línea recta.



Grafico 7 Ecuación de la recta para el filtro de Carburo de Silicio utilizado en este trabajo

Para el ajuste de los valores utilizamos mínimos cuadrados obteniendo:

$$Y = 1.4789x - 2.576$$
  
 $m = 1.4789 \ (modulo \ de \ Weibull)$   
 $b = -2.576 = \ln(Ve) - mln(\sigma_0)$ 

De lo anterior sabemos que:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = \ln(Ve) + mln(\sigma) - mln(\sigma_0)$$

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = -2.576 + 1.4789\ln(\sigma)$$

Cuando  $\sigma = \sigma_0$ , F = 0.6321, al sustituir se obtiene que:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-F}\right)\right] = 0$$

Por lo tanto:

$$0 = -2.576 + 1.4789 \ln(\sigma_0)$$
  
 $\sigma_0 = 0.17 MPa$ : esfuerzo caracteristico

Además:

$$-2.576 = \ln(\text{Ve}) - \min(\sigma_0)$$
$$-2.576 = \ln(\text{Ve}) - (1.4789)\ln(0.17)$$
$$Ve = 1$$

La ecuación de Weibull entonces es:

$$F = 1 - \exp[-1\left(\frac{\sigma}{0.17}\right)^{1.4789}]$$

Al graficar la ecuación se obtiene (Grafico 9):

En el grafico 9, se puede observar que entre 0.05 y 0.2 MPa existe una probabilidad alta de que el material se fracture, por encima de 0.2 MPa el material se fractura y por debajo de 0.05 MPa la probabilidad de fractura del material es pequeña. Además, si se aumenta el módulo de Weibull m los intervalos de probabilidad tienden a disminuir de manera considerable.

Los resultados obtenidos de todas las probetas se ven reflejados en la tabla 11. Las gráficas respecto a cada probeta se encuentran en los anexos.



Grafico 8 Probabilidad de fractura F en función del esfuerzo  $\sigma$ 

Г	Carburo de Silicio	Módulo de Weibull (m)	Esfuerzo característico (MPa)
Tabla	12 módulo de Weib	ull y esfuerzo característic	co del Carburo de Silicio

Carburo de Silicio	Módulo de Weibull (m)	Esfuerzo característico (MPa)
Probeta 1	1.4789	0.17
Probeta 2	0.6549	0.11
Probeta 3	0.6182	0.20
Probeta 4	0.4902	0.12
Probeta 5	1.0784	0.20
Probeta 6	1.0466	0.20
Probeta 7	0.7809	0.18
Probeta 8	0.7993	0.20

De acuerdo a los resultados obtenidos en la tabla 7, 10 y 12 donde se observa el esfuerzo a compresión que está soportando una celda unitaria de material dependiendo de la carga que se le aplica y el esfuerzo característico encontrado a través del análisis estadístico de Weibull para el Zirconio y Carburo de Silicio, se pudo analizar que para estas probetas de material cada celda unitaria está soportando entre 0,00005 y 0,00008 N para que el material total falle a un esfuerzo entre el 0.40 y 0.80 MPa.

# 4. Análisis Computacional

Este capítulo está enfocado en la realización de un modelo computacional que se asemeje al material estudiado teórica y experimentalmente. Se hace con el fin de tener una aproximación de un material cerámico poroso de Zirconio o Carburo de Silicio sinterizado con un metal (ya que el material no ha sido fabricado), es decir, añadiéndolo dentro de los struts que conforman las celdas unitarias y verificando si este aumenta la resistencia del material poroso.

Este modelo se ajustará a una celda unitaria simple (dodecaedro) que de acuerdo al diseño estadístico de Weibull, a partir de un volumen pequeño del material es posible predecir un volumen grande del mismo.

Ansys, es un programa de elementos finitos que originalmente ofrece soluciones para resolver análisis estáticos lineales. Sucesivamente se han ido introduciendo módulos con los que este programa es capaz de resolver además problemas dinámicos no lineales.

Este programa, da solución a procesos implícitos, es decir, resuelve sistemas estáticos/cuasi-estáticos (fuerzas aplicadas en grandes lapsos de tiempo), en los que el sistema se comporta de forma lineal. Se resuelve en una sola iteración, definida en intervalos grandes de tiempo, ya que las soluciones convergen fácilmente mostrando una gran estabilidad. De manera que ocupa pocos recursos computacionales. (Ansys, 2014)

# 4.1 Diseño de los struts y la celda unitaria a través de CAD.

Teniendo en cuenta que el material aportado se fabrica de acuerdo al método de réplica con espumas de poliuretano, se procede a desarrollar un modelo ideal basado en las siguientes fotografías:



Fotografía 16 Imágenes SEM, Espuma de poliuretano [Autor].

Fotografía 17 Imágenes SEM, Espuma de poliuretano, poros y struts. [Autor]





Fotografía 18 Imágenes SEM, Espuma de poliuretano, dimensión poros [Autor].

A partir de las fotografías 16, 17 y 18, Se procede a crear una configuración similar. Por la complejidad de creación de un modelo computacional que se asemeje a una celda unitaria de Zirconio o Carburo de Silicio, se toma el modelo ideal de un dodecaedro para una sola celda y se define que los struts sean cilíndricos con huecos triangulares en el centro. primero se analizan los struts y se finaliza con el dodecaedro completo.

## 4.1.1 Definición del tipo de análisis

En este paso se define el tipo de análisis que vamos a realizar de los distintos modos que nos ofrece el programa en la ventana que aparece en la ilustración 1.

#### Ilustración 1: ventana tipo de análisis



En el "Toolbox" se elige en análisis de sistemas, como se ve en la ilustración y se selecciona la casilla "static structural" y se arrastra hacia la ventana de "Project shematic".

## 4.1.2 Material e importación de la geometría.

El primer paso consiste en tener una geometría del problema con la configuración que va a intervenir en el análisis. Normalmente dicha geometría se importa, pero también es posible crearla con el procesador del programa. En este caso se importa desde una geometría en formato parasolid bynari (x\_b). los pasos necesarios se pueden observar en las ilustraciones 2. Ilustración 2: Importación de archivo x\_b



## 4.1.3 Definición de material

En este paso se define el material de la figura que se va a analizar. Para el caso de las celdas unitarias se elige el mismo tipo de material que se analizó experimentalmente (Material cerámico), y se elige un material que ira dentro de los struts, que en este caso es un metal.

Ilustración 3: Ventana de selección de material



En la ilustración 3 se puede ver la ventana en la que se selecciona el material en "Engineering Data" (imagen izquierda) y luego se abre una ventana (imagen derecha) donde se puede elegir en la biblioteca el tipo de material que se va a utilizar.

#### Ilustración 4 Materiales



## 4.1.4 Mallado

Para proceder el análisis del problema es necesario aplicar las propiedades adecuadas.

En la ventana de análisis estructural se procede al siguiente paso en "Model" (Ilustración4) y se abre una nueva ventana (ilustración a la derecha) en donde se puede apreciar el modelo que se va a analizar y donde se aplicaran las características de mallado, soportes, fuerzas y las soluciones que se desean visualizar.

#### Ilustración 5: ventana "Model"

				Outli P	ne Project Model ( Coc	D4) metry rdinate Systems	7	Geometry 31/01/2018 11:33 p.	m.						
¥		A			Cor	nections h hitic Structural (DS)							/		
1	2	Static Structural				Analysis Settings Fixed Support Force						-			
2	۱ 🌏	Engineering Data	✓.			Solution (D6)	n								
3	P	Geometry	<												
4	ا 🥘	Model	2	(							-				
5	<b>()</b>	Setup	ць. ,	Deta	ils of "Geo	ometry"	ą								
6	<b>(</b>	Solution	?	Sou Typ	e e	C:\Users\Asus\Desktop Parasolid	\excel filtro\strut			0		0,00045		0,0009 (m)	
7	۱ 🌒	Results	2	Eler Dis	gth Unit ment Control play Style	Meters Program Controlled Body Color				-	0,00023		0,00068		
				H Bou	unding Box			Coeometry / Print Pri	eview Keport Preview/						
		strut		+ Pro	perties			Messages							
				+ Bas	ic Geometry	Options		Text		_		Associa	tion	_	Timesta
				+ Adv	vanced Geon	etry Options									Sandi Barra

Para el mallado el tamaño del elemento se puede dejar a elección del programa automáticamente, pero para ahorrar tiempo de cálculo reduciendo el número de elementos en zonas sin importancia, y para mejorar la precisión refinando zonas importantes se puede definir el tamaño del elemento manualmente.

#### Mesh >Sizing >Use advanced size>Proximite and curvature

Tras esta secuencia (Ilustración 5) se selecciona que el mallado se acople a todas las posibles desviaciones geométricas, es decir, que incluya los contactos entre el triangulo que esta al interior del strut cilíndrico y además se ajuste a la curvatura de este mismo (Ilustración 6).

Ilustración 6: Detalles de la malla

Sizing	
Use Advanced Size Fun	On: Proximity and Curvature
Relevance Center	Fine
Initial Size Seed	Active Assembly
Smoothing	Medium
Transition	Fast
Span Angle Center	Coarse
Curvature Normal A	Default (70,3950 °)
Proximity Accuracy	0,5
Num Cells Across Gap	Default (3)
Min Size	Default (5,0716e-007 m)
Proximity Min Size	Default (5,0716e-007 m)
Max Face Size	Default (5,0716e-005 m)
Max Size	Default (1,0143e-004 m)
Growth Rate	Default (1,850)
Minimum Edge Length	1,8e-004 m

#### Ilustración 7: Malla

Outline		<b>4</b>					
Project  Project Proj	Systems is Settings Support ion (D6) olotton Information formal Stress						
Details of "Mesh"		4	AST AT	A			
Sizing		^		ALT TO TO THE			
Use Advanced Size Fun	. On: Proximity and Curvature			A Company and			
Relevance Center	Fine		Contraction How				
Initial Size Seed	Active Assembly		CHERKING CONTRACTOR				
Smoothing	Medium						
Transition	Fast						
Span Angle Center	Coarse		A	0	0.0005	0.001 (m)	
Curvature Normal A	Default (70,3950 °)		( )		0,0005		
Proximity Accuracy	0,5		4	0,0002	25 0,0	0075	
Num Cells Across Gag	Default (3)		· \ D · + D · /				
Min Size	Default (5,0716e-007 m)		eview / Keport Preview/				
Proximity Min Size	Default (5,0716e-007 m)	Messages					
Max Face Size	Default (5,0716e-005 m)	Tevt			Arrociation		Ti
Max Size	Default (1,0143e-004 m)	TEX			Association		
Growth Rate	Default (1,850)						
Minimum Edge Length	1,8e-004 m						

## Ilustración 8 Resultados del mallado

Model (D4) >	Mesh	Growth Rate	Default (1,850)
Object Name	Mesh	Minimum Edge Length	1,8e-004 m
State	Solved	Inflation	1
Default	S	Use Automatic Inflation	None
Physics Preference	Mechanical	Inflation Option	Smooth Transition
Relevance	0	Transition Ratio	0,272
Sizing		Maximum Layers	5
Use Advanced Size Function	On: Proximity and Curvature	Growth Rate	1,2
Relevance Center	Fine	Inflation Algorithm	Pre
Initial Size Seed	Active Assembly	View Advanced Options	No
Smoothing	Medium	Patch Conformin	g Options
Transition	Fast	Triangle Surface Mesher	Program Controlled
Span Angle Center	Coarse	Advance	d
Curvature Normal Angle	Default (70,3950 °)	Shape Checking	Standard Mechanical
Proximity Accuracy	0,5	Element Midside Nodes	Program Controlled
Num Cells Across Gap	Default (3)	Straight Sided Elements	No
Min Size	Default (5,0716e-007 m)	Number of Retries	0
Proximity Min Size	Default (5,0716e-007 m)	Extra Retries For Assembly	Yes
Max Face Size	Default (5,0716e-005 m)	Rigid Body Behavior	Dimensionally Reduced
Max Size	Default (1.0143e-004 m)	Mesh Morphina	Disabled

Defeaturing					
Pinch Tolerance	Default (4,5645e-007 m)				
Generate Pinch on Refresh	No				
Automatic Mesh Based Defeaturing	On				
Defeaturing Tolerance	Default (2,5358e-007 m)				
Statistics					
Nodes	3863477				
Elements	812398				
Mesh Metric	None				

## 4.1.5 Aplicación de la carga

Una vez obtenido el mallado se procede a la aplicación de soportes y fuerzas. Se eligió una fuerza la cual es aplicada al strut encima de este, y se definieron dos soportes fijos en las esquinas del strut asemejando una barra empotrada (Ilustración 7 y 8).

Para los soportes:

#### Static structural >Supports >Fixe supports>Apply

Para la Fuerza:

Static structural >Loads >Force>Apply



Ilustración 9: Aplicación de soportes y carga.

Como se puede apreciar en las ilustraciones, el lado denotado con la letra A de color azul, es el soporte fijo de la barra y el lado denotado con la letra B de color rojo es la fuerza que se aplica para realizar la flexión sobre la barra.

## 4.1.6 Solución

Luego de tener los parámetros establecidos como geometría, material, mallado, y condiciones de soporte y carga se procede a su respectivo análisis.

#### Static structural >Solution >Normal stress>Solve

#### Ilustración 10 Solución

Model (D4) > Analysis					
Object Name	Static Structural (D5)				
State	Solved				
Definition					
Physics Type	Structural				
Analysis Type	Static Structural				
Solver Target	Mechanical APDL				
Options					
Environment Temperature	22, °C				
Generate Input Only	No				

			TA	Bl	LE 13							
Model (D4)	> Static	Structural	(D5)	>	Solu	tio	n (	(D6)	>	Solutio	n	Information
		-								e 11		

Object Name	Solution Information					
State	Solved					
Solution Inform	ation					
Solution Output	Solver Output					
Newton-Raphson Residuals	0					
Update Interval	2,5 s					
Display Points	All					
FE Connection Visibility						
Activate Visibility	Yes					
Display	All FE Connectors					
Draw Connections Attached To	All Nodes					
Line Color	Connection Type					
Visible on Results	No					
Line Thickness	Single					
Display Type	Lines					

#### Ilustración 11: Resultados de la flexión del strut del Cerámico





#### Ilustración 12: Resultados de la flexión del strut Cerámico-Metal

#### Ilustración 13 Información de la solución

Model (D4) > Static Structural (D5) > Solution (D6) > Solution Information						
	Object Name	Solution Information				
	State	Solved				
	Solution Inform	nation				
	Solution Output	Solver Output				
	Newton-Raphson Residuals	0				
	Update Interval	2,5 s				
	Display Points	All				
	FE Connection V	isibility				
	Activate Visibility	Yes				
	Display	All FE Connectors				
	Draw Connections Attached To	All Nodes				
	Line Color	Connection Type				
	Visible on Results	No				
	Line Thickness	Single				
	Display Type	Lines				

TABLE 13

Object Name	Normal Stress				
State	Solved				
Scope					
Scoping Method	Geometry Selection				
Geometry	All Bodies				
Definition					
Туре	Normal Stress				
Orientation	X Axis				
By	Time				
Display Time	Last				
Coordinate System	Global Coordinate System				
Calculate Time History	Yes				
Identifier					
Suppressed Integration	Point Results				
Display Option	Averaged				
R	esults				
Minimum	-3,475e+010 Pa				
Maximum	3,8934e+010 Pa				
Minimum Occurs On	Part 2				
Maximum Occurs On	Part 2				
Info	rmation				
Time	1, s				
Load Step	1				
Substep	1				
Iteration Number	1				

#### Model (D4) > Static Structural (D5) > Solution (D6) > Results

En las ilustraciones 8 y 9 se puede apreciar la flexión del strut de ambas configuraciones de material realizadas con una fuerza aplicada de 1700N. La gama de colores empieza desde el color azul (menor esfuerzo que soporta el material) hasta el color rojo (Mayor esfuerzo que soporta el material). Se puede observar que las caras que más esfuerzo están soportando son las caras del empotramiento de la barra y alrededor del triángulo interno.

La máxima resistencia que llega a soportar el material es de 30 MPa para el strut de solo Cerámico y para el strut de Cerámico-Metal, 38 MPa. Esto indica un aumento de 8 MPa para la configuración Cerámico-Metal, es decir, el metal aumenta la resistencia de los struts en 17%.
#### 4.1.7 Celda unitaria.

La Celda unitaria está conformada de varios poros producidos por struts. Esta celda, como muchos autores la describen, tiene una forma ideal de dodecaedro. se procede a diseñar la celda unitaria del material teniendo en cuenta todos los aspectos como struts cilíndricos con huecos triangulares en el centro.

Ilustración 14: Diseño de la celda unitaria, dodecaedro.



Luego del diseño de la ceda unitaria, se procedió a realizar el respectivo análisis computacional, donde se definieron los parámetros de mallado, material, fuerza aplicada y soportes.

Ilustración 15: Mallado del Poro.



Se definió el mismo mallado utilizado en los struts y se definió la fuerza aplicada. La fuerza se introdujo de manera que representara un efecto de compresión sobre la celda unitaria por último se definió un soporte fijo en la parte inferior de la celda unitaria (Ilustración 12).

Ilustración 16: Aplicación de cargas y soportes al Poro



Como se puede apreciar, el color rojo indica la fuerza de compresión a la cual fue sometida la celda unitaria y el lado denotado de color azul un soporte fijo.

De acuerdo a los parámetros establecidos, como la forma de la celda unitaria, el material y las cargas a las cuales está expuesta la celda unitaria se procede a introducir el material y realizar el respectivo análisis. Del mismo modo se procede para ambos materiales, Cerámico y Cerámico-Metal.



Ilustración 17: Esfuerzos máximos de la celda unitaria, Cerámico y Cerámico-Metal

se puede apreciar los lugares en donde la celda unitaria tiene a soportar los esfuerzos más drásticos (color rojo) al aplicarle una fuerza de compresión. En ambos materiales (Cerámico y Cerámico-Metal) se presentan generalmente estos esfuerzos que posiblemente son los que tienden a fracturar el material, ya que en las esquinas, es donde se conectan las barras o struts que dan forma a la celda unitaria.

Ilustración 18: Esfuerzo máximo principal, Cerámico.



En la ilustración 14 se puede observar el valor máximo de resistencia a compresión que puede soportar una celda unitaria del material Cerámico (color rojo). Este esfuerzo corresponde al valor aproximado de 0.15 MPa siendo un valor critico en las uniones de los struts.



Ilustración 19: Esfuerzo máximo principal, Cerámico-Metal.

En las dos ilustraciones se pueden apreciar las zonas de mayor esfuerzo para el material Cerámico-Metal. En este caso la resistencia máxima que soporta esta configuración de 0.20 MPa aproximadamente, es decir, 0.05MPa más que puede soportar el cerámico solo y representa un aumento en la resistencia del material.

En comparación con los resultados experimentales podemos determinar el error que se puede presentar mediante la siguiente ecuación:

$$\%E = \frac{v_{teorico} - v_{experimental}}{v_{teorico}} x100$$
(4-1)

Para el caso del Zirconio y el carburo de Silicio el esfuerzo característico determinado mediante el análisis estadístico de Weibull arroja un valor promedio de 0.544 MPa para el Zirconio y 0.175 MPa para el Carburo de Silicio y en comparación con el análisis computacional el error es del 28 y 18 % respectivamente.

Este error se debe a las diferencias que existe entre el modelo ideal que se plantea computacionalmente y el modelo real que fue estudiado experimentalmente, ya que el material posee una singularidad de además de ser poroso en el centro de los struts, es poroso a lo largo de las paredes del material. Del mismo modo la geometría del material, aunque en el caso computacional es ideal y se asemeja al material que fue estudiado, no llega a tener la configuración exacta del real.

Para el caso de la configuración Cerámico-Metal, no se puede calcular un error pues no hay ningún valor experimental, ya que el material no se ha fabricado. En este caso solo se pudo visualizar computacionalmente el cambio en la resistencia que tuvo esta configuración con respecto a la de solo Cerámico. Esto se pudo ver reflejado en las figuras 36 y 37 donde el aumento en la configuración Cerámico-Metal es de 0.05MPa, es decir, un aumento en resistencia del 33%.

# 5. Conclusiones y recomendaciones

## 5.1 Conclusiones

Se caracterizaron las espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de Silicio mediante microscopia óptica y electrónica de barrido donde se pudieron determinar las dimensiones como: el diámetro de los struts, la base y altura del triángulo interno, el tamaño de la celda unitaria y el tamaño de los poros, así como la longitud de las barras.

A partir de la morfología se desarrolló un modelo teórico en el cual se plantea la resistencia que puede soportar una celda unitaria de cualquier tipo de material cerámico poroso dependiendo de la carga que se le aplique a compresión.

Para una celda unitaria de Zirconio de dimensiones: diámetro del strut 0.39mm, longitud del strut 1.71mm, área triangular dentro del strut 0.017 mm<sup>2</sup> y tamaño de celda 3.43mm el máximo esfuerzo que puede soportar esta entre 0.20 y 0.54MPa.

Para una celda de Carburo de Silicio de dimensiones: diámetro del strut 0.5mm, longitud del strut 4mm, área triangular dentro del strut 0.07mm<sup>2</sup> y tamaño de celda 3mm el máximo esfuerzo que puede soportar esta entre 0.10 y 0.20 MPa.

De la misma manera y a partir de la morfología del material se desarrolló un modelo teórico capaz de predecir el esfuerzo a compresión que está soportando una celda unitaria de material cuando dentro de los struts aparece un segundo material (en este caso un metal) y se pudo observar a través de las tablas 7 y 8 que la resistencia del zirconio y carburo de silicio aumentan aproximadamente un 80 a 90% su resistencia.

Mediante el modelo estadístico de Weibull se pudo determinar: la zona característica en donde el material tiene más probabilidad de fallar y la zona donde el material no fallaría.

Además, se pudo observar y analizar cómo cambia el módulo de Weibull con respecto a cada una de los ensayos realizados sobre el material mostrando que a medida que aumenta el módulo m de Weibull los intervalos o zonas de probabilidad de fractura tienden a disminuir considerablemente.

Conjuntamente y de acuerdo a los resultados obtenidos en la tabla 7, 10 y 12 donde se observa el esfuerzo a compresión que está soportando una celda unitaria de material dependiendo de la carga que se le aplica y el esfuerzo característico encontrado a través del análisis estadístico de Weibull para el Zirconio y Carburo de Silicio, se pudo analizar que para estas probetas cada celda unitaria de todo el material está soportando entre 0,00005 y 0,00008 N, es decir, que al aplicarle esta fuerza a una Celda unitaria del material esta llegara a su límite de compresibilidad.

# **5.2 Recomendaciones**

Con el desarrollo de este trabajo se ha observado que para futuras investigaciones se podrían abordar los siguientes temas:

- Desarrollar las ecuaciones para esfuerzo a compresión, caracterizando el material de manera que se asemeje más a la realidad y no de forma ideal.
- Desarrollar las pruebas de ensayo de compresión a muestras que cumplan con una configuración de metal dentro de los struts para corroborar los resultados con este documento.
- Evaluar el material por otros métodos estadísticos para determinar los valores del módulo de Weibull y hacer la comparación con el modelo de regresión lineal que se desarrolló en este trabajo.
- Desarrollar análisis computacionales más detallados y aproximados a la realidad del material donde se puedan evaluar diferentes propiedades mecánicas, esto debido a que no fue un objetivo principal en este proyecto.

# A. Esfuerzo a compresión y análisis estadístico de Weibull filtros de Zirconio.

**Anexo 1** Filtro número uno Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull.





**Anexo 2** Filtro número dos Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull







**Anexo 3** Filtro número tres Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull







Anexo 4 Filtro número 4 Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull









Anexo 5 Filtro número cinco Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull





Anexo 6 Filtro número seis Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull







**Anexo 7** Filtro número siete Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull







Anexo 8 Filtro número ocho Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull









Anexo 9 Filtro número nueve Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull





Anexo 10 Filtro número uno Zirconio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull







### B. Esfuerzo a compresión y análisis estadístico de Weibull filtros de Carburo de Silicio

Anexo 11 Filtro número uno Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull







Anexo 12 Filtro número dos Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull





y = 0,6549x - 1,0403  $R^2 = 0,8809$ 



-1 -2 -3



**Anexo 13** Filtro número tres Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull

132



**Anexo 14** Filtro número cuatro Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull





Anexo 15 Filtro número cinco Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull





Anexo 16 Filtro número seis Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull



Caracterización mecánica de espumas cerámicas de Zirconio y Carburo de



Anexo 17 Filtro número siete Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull





Anexo 18 Filtro número ocho Carburo de Silicio, esfuerzo-deformación, regresión lineal y análisis estadístico de Weibull




## 6.Bibliografía

- Aficionados a la Mecánica. (5 de agosto de 2014). http://www.aficionadosalamecanica.net/filtro-de-particulas.htm. Recuperado el 15 de junio de 2015, de http://www.aficionadosalamecanica.net/
- Alizadeh, M., & Mirzaei-Aliabadi, M. (2012). Compressive properties and energy absorption behavior of Al–Al2O3 composite foam synthesized by space-holder technique. *Materials & Design, 35*, 419-424.
- Ansys. (2014). *Guía de análisis estructural de ANSYS.* Obtenido de http://www.ansys.com/es-ES/
- Ashby, M., Evans, T., J.W., N. F., H.N.G., H., & Gibson, W. L. (2000). *Metal Foams: A Design Guide*. Butterworth-Heinemann.
- Basu, B., Tiwari, D., Kundu, D., & Prasad, R. (2009). is Weibull distribution the most appropriate statistical strength distribution for brittle materials. *Ceramics International, 35*, 237-246.
- Bergman, B. (1984). On the estimation of the Weibull modulus. *Journal of Materials Science Letters, 3*(8), 689-692.
- Bourret, J., & Tessier-doyen, N. (2012). Effect of the pore volume fraction on the thermal conductivity and mechanical properties of kaolin-based foams. *Journal of the European ceramic society*.
- Brezny, R., & Green, J. (1989). fracture behavior of open cell ceramics. *journal of the American ceramic society*, 72(7), 1145-1152.
- Brezny, R., & Green, J. (1990). the effect of cell size on the mechanical behavior of cellular materials. *acta metallic materials, 38*(12), 2517-2526.
- Brezny, R., & Green, J. (1989). evaluation of strut strength in open cell ceramics. *journal of the American ceramic society*, 72(6), 885-889.
- C. Lu, R. D. (2002). Fracture statistics of brittle materials: Weibull or normal distribution. *Physical Review*.

- Callister, W. D. (2000). *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales.* Barcelona: editorial reverte.
- Castro, A. (2012). Recuperado el 2015, de http://e-archivo.uc3m.es
- Chen w., L. f. (2002). dynamic compression testing of soft materials,. *journal of applied mechanics*, 214-223.
- Chen w., Z. b. (1999). a split Hopkinson bar technique for low impedance materials. *experimental mechanics*.
- Costa oliveira , F., Dias, S., & Vaz, M. (2006). behaviour of open cell cordierite foams under compression. *journal of the european ceramic society, 26*, 179-186.
- Costa Oliveira, F., Dias, S., Fatima vaz, M., & Cruz Fernandez, J. (2006). Behavior of opencell cordierite foams under compression. *Journal of the European ceramic society, 26*, 179-186.
- CQ, D., R, B., & DJ, G. (1990). Compressive behavior and deformation-mode map of an open cell alumina. *J Mater Res, 5*, 163-171.
- Danzer, R. (2006). Some notes on the correlation between fracture and defect statistics: are Weibull statistics valid for very small specimens?, *Journal of the European Ceramic Society*, *26*(15), 3043–3049.
- Danzer, R., Lube, T., & Supancic, P. (2001). Monte Carlo simulations of strength distributions of brittle materials: type of distribution, specimen and sample size. *ZeitschriftfürMetallkunde*, *92*(7), 773-783.
- Elgueta, M., Díaz, G., Zamorano, S., & Kittl, P. (2007). "On the use of the Weibull and the normal cumulative probability in structural design. *Materials & Design, 28*(9), 2496-2499.
- Elnasri I., P. S. (2007). Shock enhancement of cellular structures under impact loading: part i experiments. *Journal of the mechanics and physics of solids*, 2652-2671.
- Facultad de Educación Dpto. Didáctica de las Ciencias Experimentales. (s.f.). Universidad Complutense de Madrid. Obtenido de http://pendientedemigracion.ucm.es/info/diciex/proyectos/agua/esc\_sub\_porosida d.html
- Fengzhang, R., & Zhe, W. (2009). Effects of Fe 2 o 3 concentration on microstructures and properties of sic-based ceramic foams. *Materials Science and Engineering*, 515, 113-116.
- Gibson, L., & Ashby, M. (1999). *Cellular Solids.* Cambridge, Reino Unido: Cambridge university press.

- Gómez de Salazar, J., Barrena, M., Morales, G., & Matesanz, I. (2006). Compression strength and wear resistance of ceramic foams–polymer composites. *Merino materials letters*, 1687 – 1692.
- Gong, J. a. (1999). Relationship between the estimated Weibull modulus and the coefficient of variation of the measured strength for ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 449-452.
- gupta, N., ye, R., & porfiri, M. (2010). Comparison of tensile and compressive characteristics of vinyl ester/glass microballoon syntactic foams. *Composites Part B: Engineering*, 41(3), 236-245.
- h., D., & b., k. (2002). handbook of cellular metals,. wiley-vch.
- Hasselman D.P.H. (1969). Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, *52*(11), 600-604.
- Incropera, F. P., & Witt, D. P. (2008). *Fundamentos de transferencia de calor.* edición Pearson.
- Instituto de Fisica, F. d. (s.f.). *Tratamiento de Datos y Errores Método de Minimos Cuadrados.* Uruguay: Programa de Ciencias de la Tierra y el Espacio.
- J.E., B., L., G., T., G., A.J., W., & Gibson I.R. (2002). Preparation of macroporous calcium phosphate cement tissue engineering scaffold. *Biomaterials*, 23.
- J.R., J., & L.L., H. (2001). Biomedical Materials for the New Millennium: A perspective on the future. *Journal of Materials Science British Technology, 17*, 891-900.
- Jadaan, O. (2003). Probabilistic Weibull behavior and mechanical properties of MEMS brittle materials. *Journal of Materials Science, 38*, 4087-4113.
- Jiaan , I., & sirong, y. (2006). Correlation between ceramic additions and compressive properties of zn–22al matrix composite foams. *Journal of Alloys and Compounds*.
- Khalili, A., & Kromp, K. (1991). Statistical properties of Weibull estimators. *Journal of Materials Science*, *26*(24), 6741-6752.
- Lombardi, M., Tulliani, J., & Gibson, I. (2013). Development and mechanical characterization of novel ceramic foams fabricated by gel-casting. *Journal of the European ceramic society*.

Lorna, J., Gibson, & Ashby, M. (2010). Cellular materials in Nature and Medicine.

M., S., & P, C. (2005). Cellular ceramics. Ed. Wiley-Vch.

- Maheo, L., Viot, P., Bernard, D., Chirazi, A., Ceglia, G., Schmitt, V., & Mondain-Monval, O. (2013). Elastic behavior of multi-scale, open-cell foams. *Composites: Part B, 44*, 172-183.
- Maiti SK, G. L. (1984). Deformation and energy absorption diagrams for cellular solids. *Acta Metal.*
- Martínez fernández, J., Muñoz, A., de arellano, L., & Feria, V. (2003). microstructure mechanical properties correlation in siliconized silicon carbide ceramics. *acta materialia*, *51*, 3259-3275.
- Meyers, M., & chawla., k. (2009). Mechanical behaviors of materials. Cambridge.
- Ministerio de Ambiente, V. y. (1 de Enero de 2010). http://www.minambiente.gov.co. Recuperado el 21 de junio de 2015, de http://www.minambiente.gov.co/images/AsuntosambientalesySectorialyUrbana/pdf /Polit%C3%ACcas\_de\_la\_Direcci%C3%B3n/Pol%C3%ADtica\_de\_Prevenci%C3 %B3n\_y\_Control\_de\_la\_Contaminaci%C3%B3n\_del\_Aire.pdf
- Montezuma, R. (2009). Organizacion mundial de la salud.
- Montgomery, D. c. (2004). Diseño y análisis de experimentos. Arizona: Editorial limusa.
- Moreira, E. (2004). Permeability of ceramic foams to compressible and incompressible flow. *Journal of the European Ceramic Society, 24*, 3209-3218.
- Nohut, S., & Lu, C. (2012). Fracture statistics of dental ceramics: discrimination of strength distributions. *Ceramics International*, *38*, 4979-4990.
- O., S., P., M., & G, B. (2000). "Passenger Car Serial Application of a Particulate Filter System on a Common-Rail Direct-Injection Diesel Engine. *SAE (Society of Automotive Engineers)*.
- orbulov, I., & ginsztler, J. (2012). Compressive characteristics of metal matrix syntactic foams. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 43*, 553-561.
- Organizacion mundial de la salud. (5 de junio de 2011). *Organizacion Mundial de la Salud.* Recuperado el 5 de agosto de 2013, de http://www.who.int/en/
- Presas, M. (2008). Recuperado el 2015, de http://oa.upm.es/1264/1/MARINA\_PRESAS\_MATAS.pdf
- R., T. (1991). Thermophysical Properties. Ed. Lee, Ed. S.M.
- Saraco, G., & Specchia , V. (s.f.). *Structure Catalysts and Reactors.* New york: Marcel Dekker, Inc.

- Silva, M. D. (s.f.). Analisis de las relaciones de porosidad y permeabilidad en . Obtenido de http://159.90.210.77/sites/default/files/Pre/Melia%20Da%20Silva.pdf
- Singh, M., & Salem, J. (2002). mechanical properties and microstructure of biomorphic silicon carbide ceramics fabricated from wood precursors. *journal of the European ceramic society*, *22*, 2709-2717.
- Smith, W. F. (2000). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales.* Madrid: McGraw Hill.
- Vipin, J., Johnson, R., Ganesh, I., Saha, B., & Mahajan, R. (2003). Effect of rubber encapsulation on the comparative mechanical behavior of ceramic honeycomb and foam. *Materials science and engineering*, a347, 109-122.
- Weibull, W. (1951). A statistical Distribution Function of wide Applicability. *J. Appl. Mech*, 293-305.
- Wu, D. (2004). Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method. Journal of American Ceramic Society, 87(9), 1799-1802.
- Wu, D. (2004). Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method. Journal of american Ceramics Society, 87(9), 1799-1802.
- Wu, D., Zhou, J., & Li, Y. (2006). Methods for estimating Weibull parameters for brittle materials. *Journal of Materials Science*, *41*(17), 5630-5638.
- Wucherer, L., & Nino, J. (2009). Mechanical properties of batio 3 open-porosity foams. *journal of the European ceramic society, 29*, 1987–1993.
- X. Fan, E. C. (2011). Baumann Porosity dependence of the Weibull modulus for hydroxyapatite and other brittle materials. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 21-36.
- Xiao-bing, X., Li-qiang, W., & Min-min, W. (2012). Manufacturing, compressive behavior and elastic modulus of ti matrix syntactic foam fabricated by powder metallurgy nonferrous. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 22*, 188-192.
- Zarkoob, H., & Ziaei-rad, S. (2012). an investigation on mechanical behavior of barium titanate foam with hydroxyapatite coating. *Ceramics international*, 38, 3445–3451.
- Zhang , j.-y., & fu, y.-m. (2006). Compressive properties of open-cell ceramic foams. *Nonferrous met. Soc, 16*, 453-457.