

# UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA

# **TESIS DOCTORAL**

# DESARROLLO Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE NUEVOS MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ CERÁMICA Y REFUERZO CERÁMICO

Autor: Enrique Barbero Pozuelo

Directores: Carlos Navarro Ugena José Fernández Sáez

Leganés 1999

# AGRADECIMIENTOS

A mis directores, los profesores Carlos Navarro y José Fernández, por permitirme comenzar mi labor investigadora en esta Universidad y por orientar mi camino siempre en la dirección adecuada.

A la doctora Pilar Miranzo del Instituto de Cerámica y Vidrio del CSIC por su inestimable colaboración a lo largo de todo el trabajo realizado.

A Marisa Rubio y al resto del personal técnico del Instituto de Cerámica y Vidrio por su valiosa ayuda en la realización de todos los trabajos que se les solicitaron. Nunca respondieron negativamente a mis peticiones de ayuda.

A la Fundación Ramón Areces por la financiación de esta investigación a través del proyecto "Desarrollo y caracterización micro y macromecánica de nuevos materiales compuestos de matriz cerámica y refuerzo cerámico sometidos a cargas de impacto".

Al Dr. H.J. Reitsma y G.J.J. M. Peskes del Prins Maurits Laboratory (TNO, Holanda) por las facilidades que me dieron para la realización de investigaciones en su laboratorio. Gracias por los esfuerzos que hicieron para que me integrara en su grupo durante mi estancia en el mismo.

A Marjolein Deutekom y al resto de los investigadores del grupo de protección balística del Prins Maurits Laboratory por su amistad y ayuda.

A todos mis compañeros del Área de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras de la Universidad Carlos III de Madrid por su ayuda y su amistad.

A José Puerta por todas sus sugerencias, siempre atinadas, relativas al utillaje y al proceso de fabricación; en muchos casos sus sugerencias permitieron que un problema que bloqueaba el desarrollo de la tesis desapareciera.

A Amal Khalifa y a Iván Feijoo por su colaboración en la preparación de material de partida. Gracias a su ayuda la fabricación del material cerámico pudo realizarse dentro de los plazos previstos.

A María Henar Miguélez, Ramón Zaera, Raquel Lobato y al resto de mis amigos por muchas razones que ya conocen, pero sobre todo por serlo.

Finalmente a mi familia, por su apoyo constante y silencioso, y por todo el tiempo en común que les he robado para trabajar en esta tesis. Gracias por conseguir el ambiente adecuado para llevarla adelante.

# RESUMEN

En esta tesis se ha desarrollado un procedimiento de fabricación de materiales compuestos de matriz alúmina reforzados con circona en forma de partículas.

El procedimiento es simple y de bajo costo, ya que se compone de una fase de conformado por compresión uniaxial seguido de una fase de densificación mediante un sinterizado sin presión. Sin embargo, con él se ha conseguido fabricar materiales cuyas propiedades mecánicas pueden competir con las obtenidas con otros procedimientos más complejos y costosos.

Con este procedimiento se han obtenido probetas de alúmina monolítica de alta pureza, y probetas de alúmina reforzadas con un 15 y un 30% en peso de partículas de circona. Se ha analizado el comportamiento en flexión de los tres materiales fabricados, tanto en condiciones estáticas como dinámicas. Se ha comprobado que, al añadir una segunda fase en forma de partículas a la alúmina, se aumenta considerablemente la resistencia mecánica en flexión y, especialmente, la ductilidad del material resultante.

Se ha utilizado la distribución estadística de Weibull de dos parámetros para analizar la dispersión de los valores de las propiedades mecánicas medidas en los ensayos.

Utilizando técnicas de simulación aleatoria, se han determinado los mejores métodos de estimación, tanto de los parámetros de la distribución como de sus percentiles. Además, dado que los estimadores de las variables mencionadas son, a su vez, variables aleatorias, se ha realizado una caracterización estadística sistemática mediante funciones representativas de las mismas. Esta caracterización se resume en funciones de ajuste empíricas de los momentos y de los percentiles de dichas variables.

# ABSTRACT

In this PhD thesis a manufacturing process for composite materials of alumina matrix reinforced with zirconia particles has been developed.

The method is simple and economical, since it consists of a uniaxial compaction followed by a densification phase obtained by means of sintering without pressure. It however manufactures a material with mechanical properties similar to those obtained with more complex and costly procedures.

Alumina reinforced with 15 and 30% in weight of zirconia particles and high purity monolithic alumina samples, have been obtained with this method. The static and dynamic bending behaviour of these three materials has been studied. The results showed that adding a second particle phase to the alumina considerably increases the flexure strength and, specially, the ductility of the new material.

The two parameter Weibull distribution was used to study the scattering of the mechanical properties obtained from the tests.

By means of random simulated techniques, the best estimation method for the parameters of the distribution as well as their percentiles, has been determined. Furthermore, as the estimators of the mentioned variables are, in turn, random variables, a systematic statistical characterisation of these has been performed. This characterisation is summarised in the empirical adjusted functions of the moments and the percentiles.

# ÍNDICE

1.	INTRO	DDUCCIÓN GENERAL	1
	1.1 NE	CESIDAD DE LOS MATERIALES CERÁMICOS	3
	1.1.1	INTRODUCCIÓN	3
	1.1.2	RESISTENCIA AL DESGASTE	4
	1.1.3	PROTECCIÓN FRENTE A IMPACTO	5
	1.1.4	RESISTENCIA MECÁNICA A TEMPERATURA ELEVADA	6
	1.2 OB.	ETIVOS DE LA TESIS	7
	1.3 OR	GANIZACIÓN DE LA TESIS	9

# 2. ANTECEDENTES \_\_\_\_\_\_11

2.1 INTRODUCCIÓN	14
2.2 MATERIALES	16
2.2.1 TIPOS DE CMC's	16
2.2.2 TIPOS DE MATERIALES CERÁMICOS	18
2.3 PROCESOS DE FABRICACIÓN	22
2.3.1 INTRODUCCIÓN	22
2.3.2 PROCESOS DE CONFORMADO	25
2.4 DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE LOS CMC'S	29
2.4.1 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	29
2.4.2 CARACTERIZACIÓN ESTADÍSTICA	32

3. FABRICACIÓN DEL MATERIAL CERÁMICO	35
3.1 SELECCIÓN DEL MÉTODO DE FABRICACIÓN	38
3.2 SELECCIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO.	39
3.2.1 SELECCIÓN DE LA MATRIZ	39
3.2.2 SELECCIÓN DEL REFUERZO	40
3.2.3 MATERIALES EMPLEADOS	44
3.3 PROCESO DE FABRICACIÓN	46
3.3.1 INTRODUCCIÓN	46
3.3.2 PREPARACIÓN DEL MATERIAL DE PARTIDA	47
3.3.3 COMPACTACIÓN UNIAXIAL	50
3.3.4 SINTERIZADO	55
3.4 DESCRIPCIÓN DEL UTILLAJE	57
3.4.1 INTRODUCCIÓN	57
3.4.2 ÚTILES DE ACCIÓN SIMPLE.	58
3.4.3 ÚTIL DE MATRIZ FLOTANTE	65
3.5 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DEL MATERIAL	69
3.5.1 INTRODUCCIÓN	69
3.5.2 DENSIDADES OBTENIDAS	70
3.6 MODELIZACIÓN DEL PROCESO DE COMPACTACIÓN	75
3.6.1 INTRODUCCIÓN	75
3.6.2 CURVAS DE COMPACTACIÓN	75
3.6.3 MODELOS DE COMPACTACIÓN	76
3.6.4 CONSTRUCCIÓN DE CURVAS DE COMPACTACIÓN	78

4. COM	PORTAMIENTO MECÁNICO EN FLEXIÓN	89
4.1 EN	ISAYO ESTÁTICO DE FLEXIÓN	92
4.1.1	PROCEDIMIENTO DE ENSAYO	92
4.1.2	RESULTADOS	97

4.2	ENS	SAYO DINÁMICO DE FLEXIÓN	103
4.	2.1	PROCEDIMIENTO DE ENSAYO	
4.	2.2	RESULTADOS	105

5. TRA7	TAMIENTO ESTADÍSTICO DE RESULTADOS	109
5.1 ES	TIMACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE UNA DISTRIBUCIÓN DE WEIBULL	112
5.1.1	INTRODUCCIÓN	112
5.1.2	MÉTODO DE LOS MOMENTOS	112
5.1.3	MÉTODO DE REGRESIÓN LINEAL GENERALIZADO	113
5.1.4	MÉTODO DE MÁXIMA VEROSIMILITUD	115
5.2 ES	TIMACIÓN DE LOS PERCENTILES DE LA DISTRIBUCIÓN	116
5.2.1	INTRODUCCIÓN	116
5.2.2	FUNDAMENTO DE LA SIMULACIÓN	116
5.2.3	RESULTADOS	119
5.3 DE	TERMINACIÓN DE INTERVALOS DE CONFIANZA	123
5.3.1	INTRODUCCIÓN	123
5.3.2	FUNDAMENTO DE LA SIMULACIÓN	123
5.3.3	AJUSTES EMPÍRICOS DE LOS MOMENTOS	125
5.3.4	AJUSTE EMPÍRICO DE LOS PERCENTILES	130
5.4 ES	TUDIO DE LOS ADMISIBLES DE DISEÑO	136
5.4.1	INTRODUCCIÓN	136
5.4.2	ESTIMACIÓN DE LOS ADMISIBLES	136
5.5 TR	ATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS ENSAYOS DE FLEXIÓN	141
5. <i>5.1</i>	INTRODUCCIÓN	141
5.5.2	ESTIMACIÓN DE LOS PARAMETROS DE LA DISTRIBUCIÓN	141
5.5.3	ADMISIBLES DE DISENO	144

	14.
6.1 ENSAYO DE FLEXION ESTATICA	148
6.1.1 COMPORTAMIENTO EN FLEXIÓN DE LA ALÚMINA MONOLÍTICA	148
6.1.2 COMPORTAMIENTO EN FLEXION DEL CMC (ALUMINA/CIRCONA)	151
6.2 ENSAYO DE FLEXIÓN DINÁMICA	153
6.2.1 INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN	153
6.2.2 COMPORTAMIENTO EN FLEXION DEL CMC (ALUMINA/CIRCONA)	154

7. C	CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS	155
7.1	CONCLUSIONES	157
<b>7</b> .2	TRABAJO FUTURO	158

8.	BIBLIOGRAFÍA	159

ANEXO 1. RESULTADOS DE LOS ENSAYOS	A1.1
A-1.1 ENSAYO DE FLEXIÓN ESTÁTICA	A1.3
A-1.1.1 MATERIAL ZO	A1.3
A-1.1.2 MATERIAL ZI	A1.10
Ensayo FE-Z1-17	A1.17
A-1.1.3 MATERIAL Z2	A1.18
A-1.2 ENSAYO DE FLEXIÓN DINÁMICA	A1.26
A-1.1.4 MATERIAL ZO	A1.26
A-1.1.5 MATERIAL ZI	A1.33

A1.41
A1.49
A1.50
Ā

ANEXO	A2.1	
A-2.1	UTILLAJE DE COMPRESIÓN DE Ø13 MM DE DIÁMETRO	A2.3
A-2.2	UTILLAJE DE COMPRESIÓN DE Ø60 MM DE DIÁMETRO	A2.11
A-2.3	UTILLAJE DE MATRIZ FLOTANTE	A2.23

# 1. INTRODUCCIÓN GENERAL

# 1.1 NECESIDAD DE LOS MATERIALES CERÁMICOS

### 1.1.1 INTRODUCCIÓN

El uso de los materiales cerámicos se remonta a tiempos remotos. En el periodo Neolítico, ya antes de fabricar herramientas metálicas, el hombre primitivo fue capaz de trabajar la arcilla para hacer diversos utensilios (Kingery, 1980). Incluso, podemos considerar que ya se usaron materiales compuestos de matriz cerámica en la construcción si consideramos como tal el adobe, ya que éste consta básicamente de arcilla y paja añadida para evitar el agrietamiento durante su secado al sol. Procedimientos de fabricación empleados en la actualidad para fabricar piezas complicadas, como el moldeo a la cera perdida, fueron ya empleados para metales en el 4000 a.C.. A pesar de su antigüedad, el nivel de desarrollo de los materiales cerámicos ha sido muy rudimentario comparado con el de los metálicos. Prácticamente su empleo se ha visto reducido hasta la actualidad a aplicaciones en las que eran necesarias aprovechar sus propiedades refractarias, así como en la fabricación de recipientes y, en general, en todas aquellas aplicaciones en las que resultaran irrelevantes sus propiedades mecánicas.

En la actualidad, la aparición de los materiales cerámicos avanzados, ha permitido conseguir combinaciones de propiedades como (Buljan *et al*, 1989): elevada resistencia mecánica a alta temperatura, alta dureza, buen comportamiento ante la corrosión y la erosión, alto módulo de elasticidad, baja densidad, bajo coeficiente de rozamiento, alta temperatura de fusión y transparencia a las ondas electromagnéticas. A la vista de las propiedades anteriores se vislumbran los campos es los que es posible el empleo de los materiales cerámicos avanzados: como herramientas de corte, como prótesis, en blindajes, en la fabricación de radomos, en componentes de motores y en sistemas de protección térmica para vehículos espaciales.

De la observación detallada de sus propiedades se puede inferir que los materiales cerámicos poseen un gran futuro, todavía limitado por su coste, por la falta de disponibilidad en el mercado, y por las dificultades de los procesos de fabricación, lo que explica el gran esfuerzo de investigación que se está realizando en la actualidad en esas direcciones.

A continuación se describen aquellas aplicaciones de los materiales cerámicos en las que sus propiedades mecánicas, (resistencia al desgaste, protección ante impacto, comportamiento frente a acciones termomecánicas) juegan un papel fundamental. Para cada una de las aplicaciones anteriores se expondrá, a continuación, las ventajas derivadas del empleo de los materiales compuestos de matriz cerámica sobre los materiales cerámicos monolíticos.

### 1.1.2 RESISTENCIA AL DESGASTE

Existen diversas aplicaciones ingenieriles en las que aparecen fenómenos de desgaste. Por un lado aquellas situaciones en las que interesa utilizar un material altamente abrasivo, capaz de atacar a otros materiales, como sucede, por ejemplo, en operaciones de acabado o de mecanizado (Bhola *et al*, 1996). Por otro lado existen ambientes de trabajo en los que aparecen acciones exteriores abrasivas que pueden deteriorar el material (Foster, 1996). En ambos casos interesa utilizar materiales que posean una elevada dureza, un bajo coeficiente de rozamiento y una buena resistencia a la abrasión. Los materiales cerámicos poseen estas propiedades por lo que son especialmente apropiados para estas aplicaciones.

En algún caso, como en la fabricación de herramientas de corte, se requiere, además, que el material tenga unas propiedades, tales como resistencia mecánica y tenacidad, que los materiales cerámicos monolíticos no poseen; es necesario, entonces, recurrir a materiales compuestos de matriz cerámica. El tipo de refuerzo más empleado en estas aplicaciones suele ser el de partículas o el de whiskers.

Los materiales más empleados como matrices son: la alúmina, el nitruro de silicio y el carburo de silicio. Los dos últimos no se pueden emplear para el mecanizado de aleaciones ferrosas ya que reacciona con el hierro (Baldoni *et al*, 1988). Como refuerzos pueden utilizarse whiskers de carburo de silicio, partículas de alúmina o de carburo de titanio. Respecto a la utilización de partículas de circona en este tipo de aplicaciones, algunos autores (Becher *et al*, 1988) sugieren que no debe utilizarse, ya que el efecto de refuerzo desaparece con el aumento de la temperatura, aunque, por otra parte, otro autor (Patchett, 1996) sugiera su aplicación.

## 1.1.3 PROTECCIÓN FRENTE A IMPACTO

La protección frente a impacto no se limita al campo militar (vehículos terrestres, aeronaves o protección personal) sino que también es aplicable a un campo más general (vehículos espaciales, turbinas, ingeniería civil, etc.) (Cantwell *et al*, 1991). En todos los casos se trata de aplicaciones en las que el peso del blindaje es un factor importante. Tradicionalmente el material empleado en la fabricación de este tipo de protecciones ha sido el acero de alta dureza y, posteriormente, el aluminio. Frente a estos metales, los materiales cerámicos presentan un mejor comportamiento balístico, pero con un coste mayor. En estas aplicaciones los materiales cerámicos no se emplean en solitario. Siempre se utiliza un sistema mixto como indica la figura 1.1 (Matchen, 1996).



Figura 1.1. Esquema de un blindaje mixto.

El blindaje está formado por una placa inicial destinada a retener los fragmentos después del impacto, seguida de la placa cerámica y, por último, una placa de metal o de un material compuesto de vidrio, polietileno o kevlar (poliamida). Todas las placas se unen entre sí mediante un adhesivo. Este tipo de blindajes combina la dureza de la cerámica con la ductilidad y rigidez de la placa posterior, con un ahorro en peso respecto a los blindajes metálicos convencionales. Las propiedades que deben poseer los materiales a emplear en la placa cerámica son (Evans, 1996): alta dureza, elevada resistencia mecánica a compresión, alto módulo de elasticidad y gran capacidad erosiva.

Los materiales cerámicos que se emplean en la fabricación de blindajes son: alúmina, carburo de silicio, carburo de boro, boruro de titanio, nitruro de aluminio y nitruro de silicio.

Para mejorar la capacidad del blindaje se requieren materiales cerámicos de mayor dureza, para incrementar la capacidad erosiva de la cerámica pulverizada tras el impacto, y de mayor resistencia mecánica, para mejorar el comportamiento tras el impacto y ante impactos múltiples. Esto se puede conseguir empleando materiales compuestos de matriz cerámica. La alúmina podría emplearse reforzada con whiskers de carburo de silicio; en el caso del boruro de titanio los refuerzos podrían ser de carburo de boro o carburo de silicio. Sin embargo, el empleo de materiales compuestos en aplicaciones balísticas no está tan desarrollado como el de los materiales cerámicos monolíticos.

### 1.1.4 RESISTENCIA MECÁNICA A TEMPERATURA ELEVADA

Existen situaciones, principalmente en el sector aeroespacial (Levine y Herbell, 1987) y en el del automóvil (Woetting *et al*, 1996), en las que los componentes se ven sometidos simultáneamente a una temperatura elevada, debida al medio ambiente de trabajo, y a un estado tensional. Estas aplicaciones requieren que los materiales posean: baja densidad, elevada rigidez y resistencia específicas, buenas propiedades a alta temperatura, bajo coeficiente de dilatación, durabilidad en entornos agresivos y baja conductividad térmica.

Convencionalmente se han empleado materiales metálicos, tales como las superaleaciones de base níquel. Los materiales cerámicos superan ampliamente a éstas en temperatura máxima de utilización y en resistencia al medio ambiente, todo ello, además, con un ahorro considerable de peso frente a otras soluciones. El material potencialmente más útil en este tipo de aplicaciones es el nitruro de silicio ya que mantiene su resistencia mecánica por encima de los 1200°C (Riley, 1996). Sin embargo los materiales cerámicos poseen una baja ductilidad que impide un aprovechamiento del resto de sus propiedades mecánicas. Para mejorar esta propiedad es necesario el desarrollo de materiales compuestos de matriz cerámica (Beesley, 1997). Estos últimos presentan una elevada resistencia a la fractura y una curva tensión-deformación no lineal (Erauzkin, 1996).

6

# **1.2 OBJETIVOS DE LA TESIS**

Las amplias ventajas de los materiales compuestos de matriz cerámica frente a los materiales convencionales hacen que, industrialmente, interese encontrar procesos de fabricación de gran sencillez a un coste reducido. Existen procedimientos de fabricación avanzados que conducen a materiales compuestos de matriz cerámica con unas elevadas propiedades mecánicas. Sin embargo resultan, en general, complicados de aplicación y de alto coste. Por tanto, constituye el objetivo fundamental de esta Tesis Doctoral el desarrollar un método simple y de bajo coste para la fabricación de un material compuesto de matriz cerámica. El material fabricado no presentará unas propiedades excepcionales, como las que se obtendrían en el caso de emplear un proceso más sofisticado, pero será de aplicación cuando no se necesite un gran aumento de propiedades y el coste sea un factor a tener en cuenta. El proceso que se pretende desarrollar está basado en uno de los más simples que se utilizan en la fabricación de materiales cerámicos: la compactación uniaxial en frío seguida de un sinterizado sin presión.

Como material matriz se empleará la alúmina, por ser uno de los más utilizados en aplicaciones ingenieriles por su buena relación entre propiedades y coste. En un primer estadío, y siempre empleando la compactación uniaxial, se pretende fabricar un material cerámico que posea unas propiedades mecánicas comparables con las de las alúminas comerciales fabricadas, en general, con procedimientos más sofisticados y costosos. A partir de este material, se pretende desarrollar un material compuesto, de matriz alúmina, añadiendo una segunda fase de circona, pero siempre empleando el mismo procedimiento de fabricación que para la alúmina monolítica, evitando así la necesidad de recurrir a procedimientos más sofisticados. Para fabricar el material cerámico será necesario el diseño del utillaje correspondiente, así como de un protocolo de fabricación ajustado al material empleado.

Los materiales fabricados (alúmina monolítica y alúmina reforzada con circona) se caracterizarán mecánicamente para conocer en qué medida se ha conseguido el objetivo que se persigue: materiales de buenas propiedades y con un bajo coste de fabricación. Los ensayos mecánicos que se realizarán serán en flexión, tanto en condiciones estáticas como dinámicas.

Los materiales cerámicos, compuestos o no, como todos los materiales frágiles, requieren un estudio estadístico para caracterizar la dispersión que presentan los resultados de los ensayos mecánicos. En el caso de los materiales cerámicos, para realizar dicho estudio, se emplea la distribución estadística propuesta inicialmente por W. Weibull, 1951. Los estimadores de los parámetros de esta distribución y de sus percentiles son variables aleatorias. Sobre éstas se realizará un estudio estadístico exhaustivo, que incluye el desarrollo de funciones empíricas que permitan establecer intervalos de confianza para las mismas. Los resultados de dicho estudio se aplicarán, en concreto, a los resultados de los ensayos de flexión realizados sobre los materiales aquí fabricados.

# 1.3 ORGANIZACIÓN DE LA TESIS

Los trabajos realizados en la presente tesis doctoral se han dividido, en siete capítulos, incluidos este primero de introducción general, y dos anexos.

En el segundo capítulo se realiza una introducción a los materiales cerámicos, tanto en forma monolítica como en la de materiales compuestos. Inicialmente se describen brevemente los procesos de fabricación, con especial énfasis sobre los procesos convencionales a partir del material en forma de aglomerados de partículas. A continuación se presentan los tipos de ensayos más característicos que se realizan sobre estos materiales, comprobándose la necesidad de aplicar conceptos estadísticos a los resultados de los mismos, definiéndose la distribución de Weibull.

En el tercer capítulo se indican las razones que han llevado a la selección del método de fabricación y de los componentes del material compuesto, matriz y refuerzo considerados en esta tesis. También se detalla el procedimiento seleccionado para elegir los parámetros de todo el proceso de fabricación. Como parte de dicho trabajo se han diseñado y construido diferentes útiles de compactación, que son descritos con profundidad explicando el proceso de su diseño. El primer ensayo que se realiza sobre el material fabricado es la medida de su densidad, describiéndose el método empleado y los resultados obtenidos sobre probetas de los materiales fabricados con los diferentes utillajes. También se han incluido en este apartado el análisis del proceso de compactación, que consta de diversos ajustes empíricos que permiten estimar la densidad alcanzada por los materiales para una presión de fabricación dada.

En el capítulo cuatro se presentan los resultados de los ensayos de flexión, tanto en condiciones estáticas como dinámicas, realizados sobre tres materiales con diferentes porcentajes de refuerzo. También se describen con detalle los procedimientos de ensayo. En el caso de los ensayos estáticos se ha seguido la normativa existente. En los dinámicos, al no existir, se han adaptado las recomendaciones que aparecen en la norma correspondiente al ensayo de flexión estática y en la norma que recoge el ensayo Charpy de metales.

Debido a la dispersión que presentan los resultados de los ensayos de flexión surge la necesidad de tratarlos estadísticamente aplicando la distribución estadística de Weibull de dos parámetros. En el capítulo cinco se recogen algunas aportaciones teóricas sobre esta distribución que sirven para simplificar los métodos de determinación de los niveles de confianza con los que se estiman los parámetros de la distribución. Las expresiones obtenidas en este apartado se aplican en la estimación realizada de los resultados de los ensayos de flexión.

En el capítulo sexto se interpretan los resultados de los ensayos de flexión descritos en los dos capítulos anteriores.

Por último, en el capítulo siete, se exponen las conclusiones de la tesis, junto con las aportaciones originales realizadas y las líneas trabajo futuro.

También se han incluido en la tesis dos anexos; en el primero se presentan los resultados detallados de los ensayos de flexión en condiciones estáticas (diagramas fuerzadesplazamiento) y dinámicas (diagramas energía-tiempo); y en el segundo anexo se han recogido los planos constructivos de los útiles desarrollados.

# 2. ANTECEDENTES

## RESUMEN

En este capítulo se realiza una introducción al proceso de desarrollo de un material compuesto de matriz cerámica y refuerzo cerámico, en adelante llamado CMC (*Ceramic Matrix Composite*) en el texto, indicando los diferentes aspectos que son necesarios considerar.

Inicialmente se realiza una breve descripción de los diferentes tipo de refuerzo, de los componentes de los CMC's, así como de los criterios para su selección.

Tras esto se procede a describir los diferentes procesos de fabricación, señalando en cada caso su posible aplicación a los CMC's. El estudio se centrará en los llamados procesos convencionales.

En la parte final del capítulo se indican los ensayos mecánicos por los que se debe iniciar la caracterización de los materiales, reseñando la normativa aplicable, caso de que exista, y la peculiaridades de los mismos. Asociada a la caracterización mecánica es necesario realizar una caracterización estadística de los resultados experimentales. En este capítulo se describe una de las distribuciones estadísticas más empleadas para ello: la distribución de Weibull.

# 2.1 INTRODUCCIÓN

Para las aplicaciones descritas en el capítulo precedente, los materiales cerámicos en su forma monolítica no resultan adecuados porque, a pesar de sus buenas propiedades en general, presentan como problema fundamental su baja fiabilidad estructural (propensión a la rotura catastrófica ante cargas mecánicas o térmicas) (Chediak, 1996). Por tanto es necesario mejorar algunas de las propiedades que poseen los materiales cerámicos monolíticos mediante el desarrollo de CMC's. En esta Tesis Doctoral el interés se centrará en la mejora de dos propiedades en concreto: resistencia mecánica y ductilidad.

Para incrementar las propiedades mecánicas anteriores será necesario seleccionar unos materiales de partida apropiados para los componentes del CMC (matriz y refuerzo) y elegir una determinada tipología de refuerzo (fibras, partículas o whiskers). Sin embargo, no todos los procesos de fabricación se adecuan a todos los materiales, por lo que una parte del diseño del material corresponderá al desarrollo del método de procesado. Aunque sea posible emplear un determinado procedimiento, podría ser que el material resultante no poseyera las propiedades requeridas, o, si las alcanzara, fuera a un coste prohibitivo.



Figura 2.1. Relación entre los parámetros del proceso de diseño de un CMC.

Todas las consideraciones anteriores muestran que en el desarrollo de un CMC's deben estudiarse diversos aspectos, (figura 2.1), todos ligados entre si, que no pueden ser analizados por separado. Entre estos factores están:

- *Materiales*. Deben considerarse qué materiales se pueden emplear como refuerzo y como matriz del CMC, y cuáles son las combinaciones admisibles. También es necesario conocer las diferentes tipologías posibles para el refuerzo.
- *Procesos de fabricación*. Una vez seleccionado el material hay que estudiar cuál de los diferentes métodos de fabricación de CMC's existentes se puede emplear.
- Propiedades. Tras los dos pasos anteriores se conseguirá un CMC con unas determinadas propiedades que será necesario medir mediante la realización de ensayos de caracterización.
- *Coste*. Cada uno de los pasos anteriores llevan asociados un coste que es necesario evaluar.

## 2.2 MATERIALES

### 2.2.1 TIPOS DE CMC's

Para mejorar las propiedades de los materiales cerámicos monolíticos se pueden emplear diversos tipos de refuerzos:

- Refuerzo discontinuo: partículas, fibras cortas, whiskers y plaquetas
- *Refuerzo continuo*: fibras largas y laminados

El primer paso en el desarrollo de CMC's consistió en la incorporación de una segunda fase en forma de partículas a un material matriz para incrementar alguna propiedad concreta. Así, hacia los años 70, se desarrollaron materiales de matriz alúmina añadiendo partículas de carburo de titanio con objeto de aumentar la conductividad térmica y la tenacidad para su empleo en herramientas de corte (Baldoni *et al*, 1988). A principio de los años 80 se introdujeron en el mercado los CMC's de refuerzo por partículas de circona basados en el efecto reforzante asociado al cambio de fase (Lange, 1982).

Hacia mediados de los años 80 aparecieron los refuerzos de tipo whiskers. Este tipo de refuerzo consiste en fibras cortas monocristalinas caracterizadas por unas elevadas propiedades mecánicas (un whiskers de alúmina puede alcanzar una resistencia mecánica en tracción de 40 GPa). Se requiere emplear determinados procesos de fabricación, especialmente si se quiere controlar la orientación de los whiskers. Así la incorporación de whiskers de carburo de silicio a la alúmina puede duplicar su tenacidad de fractura (Homny *et al*, 1987).

A pesar de la gran mejora de propiedades que se consigue con el empleo de un refuerzo de tipo whiskers, debido a su elevado coste y a la peligrosidad que presentan para la salud (Birchal, 1988) a principios de los años 90 se estudió el empleo de un refuerzo en forma de discos monocristalinos (plaquetas). Sin embargo el aumento de la ductilidad no es tan elevado como en el caso de los whiskers. Otras propiedades, como la resistencia mecánica pueden disminuir al añadir el refuerzo en forma de plaquetas (Bloyce, 1994). Para

16

minimizar esta reducción es necesario emplear plaquetas con poca dispersión de tamaños y controlar la orientación de las mismas (Chou *et al*, 1994).

El desarrollo de CMC's reforzados con fibras largas comenzó a ser posible a partir de los años 60 cuando se desarrollaron las primeras fibras cerámicas. La fabricación de este tipo de materiales requiere procesos de fabricación no convencionales, más complejos y costosos que los empleados con los otros tipos de CMC's. Este tipo de materiales presenta unas propiedades marcadamente anisótropas. A menudo su comportamiento en fractura no es frágil (Fantozzi *et al*, 1993). Se han desarrollado también CMC's de tipo laminado empleando refuerzos, tanto de fibras largas como de whiskers (Amateau, 1993). El progreso alcanzado con los CMC's reforzados con fibras largas es menor que el de otros tipos por su mayor coste y complejidad.

Como se puede observar existe una tendencia a aumentar la complejidad del refuerzo que, sin embargo, se ha tratado de limitar mediante el empleo del refuerzo de tipo plaquetas. A pesar de todo, el empleo de este refuerzo aún complica el proceso de fabricación ya que obliga a emplear métodos de sinterización bajo presión (Belmonte, 1995); además el refuerzo mediante plaquetas disminuye la resistencia mecánica. Dado que en esta tesis se buscan procedimientos simples para fabricar CMC's que aumenten tanto la resistencia mecánica como la ductilidad, se ha descartado la utilización de plaquetas como refuerzo.

La falta de ductilidad de los materiales cerámicos implica que, de formarse una fisura, ésta crecería muy rápidamente hasta producir el fallo catastrófico del elemento estructural. La causa está en la baja energía requerida para que la fisura se propague. Mediante el desarrollo de CMC's se puede incrementar la ductilidad. Los mecanismos que originan dicho incremento se pueden clasificar en dos grupos (Becher *et al*, 1994):

 En primer lugar aquellos en los que se modifica el estado de tensiones y deformaciones en una zona alrededor del borde la fisura, tales como la creación de microgrietas y los asociados a una transformación de fase. Éstos son mecanismos dependientes del tamaño de grano y de la temperatura (Becher *et* *al*, 1988). La creación de microfisuras, debido a diferencias de propiedades entre la matriz y el refuerzo (De Portu *et al*, 1988) puede originar una disminución de resistencia mecánica (Rice, 1978).

Finalmente aquellos en los que el refuerzo actúa directamente sobre la fisura. Entre ellos están: la deflexión y el puenteo de fisuras y el arranque de refuerzo. Estos mecanismos actúan en un rango de temperatura mayor que los anteriores (Miranzo *et al*, 1986). Dentro de los refuerzos en los que aparecen estos mecanismos, se encuentran los refuerzos a base de partículas dúctiles (Sun *et al*, 1996). En el caso del refuerzo de tipo discontinuo la geometría más efectiva es la de barra (Faber *et al*, 1983).

# 2.2.2 TIPOS DE MATERIALES CERÁMICOS

Los materiales cerámicos más empleados en aplicaciones ingenieriles se muestran en la tabla (2.1) (Chawla, 1993). La selección de los materiales se basa en las propiedades que se requieran, en el proceso de fabricación que se pretenda emplear y en el coste.

OXIDOS	CARBUROS	NITRUROS	ELEMENTOS
MATRICES	***************************************	***	
Alúmina	Carburo de silicio	Nitruro de silicio	Carbono
Circona	Carburo de boro		
Sílice			
Mullita			
FIBRAS Y WHISK	ERS	***************************************	
Alúmina <sup>(1),(2),(3)</sup>	Carburo de silicio <sup>(2).(3)</sup>	Nitruro de boro <sup>(3)</sup>	Carbono <sup>(1),(3)</sup>
Circona		Nitruro de silicio <sup>(3)</sup>	Boro <sup>(3)</sup>
Mullita <sup>(2)</sup>			
PARTÍCULAS			
Circona	Carburo de titanio	Nitruro de boro	
Alúmina	Carburo de silicio		
Alumina			

TABLA 2.1 Materiales cerámicos más empleados como componentes de los CMC's

De todos estos materiales, algunos se emplean preferentemente como matrices y otros como refuerzo. Existen también materiales que se pueden emplear, indistintamente, como matriz o como refuerzo el mismo material, como es el caso del material carbono/carbono que se emplea en la protección térmica del transbordador espacial.

Para analizar la compatibilidad entre refuerzo y matriz es necesario considerar una serie de factores tales como:

- Compatibilidad de propiedades (Wei et al, 1985), como: coeficiente de dilatación térmica, módulo de elasticidad, etc.
- Compatibilidad de los componentes a las temperaturas de procesado (Ziegler et al, 1995), para evitar reacciones químicas entre ellos.
- *Características del proceso de fabricación*. El proceso de fabricación limita el tipo de refuerzo a emplear.
- Coste.

En la tabla (2.2) se muestran (Bauccio 1994) algunas posibles combinaciones de materiales basándose en los dos primeros factores. Algunas de ellas requieren unos procesos de fabricación específicos; así, por ejemplo, una matriz de alúmina puede reforzarse con whiskers de carburo de silicio si se emplea un método de fabricación específico, tal como la compresión en caliente en una atmósfera no oxidante. Con otros procesos, por ejemplo la compactación uniaxial, no es posible fabricar dicho material compuesto.

MATRIZ:	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	BN	XAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ySiO <sub>2</sub>	SiC	ZrO <sub>2</sub>
<b>REFUERZO:</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BN	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	С	ZrO <sub>2</sub>
	AIN	AIN		С	SiC	
	С	С		В	TiB <sub>2</sub>	
	ZrO <sub>2</sub>	В		SiC	TiC	
	TiC	BN		SiO <sub>2</sub>	AlN	
	SiC	SiC				
	BN	TiC				
	TiN					

TABLA 2.2 Combinaciones matriz/refuerzo, para las matrices más usuales

Los primeros materiales cerámicos empleados fueron los de tipo óxido (óxido de silicio o sílice, óxido de circonio o circona, óxido de aluminio o alúmina, óxido complejo de silicio y alúmina o mullita, y óxido de magnesio o magnesia) principalmente por sus propiedades refractarias. Estos materiales también poseen un buen comportamiento en ambientes corrosivos, una alta estabilidad a temperatura elevada y gran facilidad de fabricación comparada con otros materiales cerámicos.

Las nuevas aplicaciones han llevado al empleo de materiales no-óxidos, de tipo carburo y nitruro. Estos materiales presentan mejores propiedades mecánicas, incluso a temperatura elevada, menores coeficientes de dilatación y excelente resistencia ante el choque térmico. Muchos de los materiales de tipo carburo y nitruro presentan una dureza elevada comparada con las de los óxidos, en algún caso combinada con unos bajos coeficientes de rozamiento. En la tabla (2.3) se muestran la dureza de algunos materiales cerámicos comparada con la de la alúmina en forma monocristalina (zafiro).

Material	Dureza Knoop (0,98N) GPa
Zafiro, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,6 ÷ 20,1
Carburo de volframio, WC	20,1 ÷ 21,1
Carburo de silicio, SiC	21,1 ÷ 28,9
Carburo de boro, B₄C	28,4 ÷ 30,4
Nitruro de silicio, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	19,2 ÷ 25,3
Nitruro de boro, BN	44,1 ÷ 45,1
Diamante, C	78,4 ÷ 83,3

TABLA 2.3 Dureza de los materiales cerámicos

Invariablemente el uso de materiales de tipo nitruro o carburo complica el proceso de fabricación al requerir ser sinterizados en atmósferas controladas, en ausencia de oxígeno para evitar su oxidación. Por ello, en esta Tesis Doctoral, los materiales se elegirán de entre los de tipo óxido que necesitan menos requerimientos en el proceso de sinterizado.

# 2.3 PROCESOS DE FABRICACIÓN

# 2.3.1 INTRODUCCIÓN

Las propiedades que presentan los CMC's dependen del proceso de fabricación empleado. Como ya se ha indicado, éstos también condicionan el tipo de material que se puede emplear. Algunos factores a tener en cuenta para la selección del método de fabricación de un CMC's son:

- material que compone la matriz y el refuerzo
- tipo de refuerzo
- geometría que se quiera fabricar

coste

Los métodos empleados en la fabricación de los CMC's pueden dividirse en:

- Procesos convencionales, en general derivados de los empleados con los materiales cerámicos monolíticos.
- Procesos no convencionales. Estos procesos se caracterizan por una mayor complejidad y coste que los anteriores. En la tabla (2.2) se presentan algunos de ellos:

TABLA 2.4 Procesos de fabricación no convencionales			
Decantación química en fase de vapor. (Chemical vapor deposition, CVD)			
Infiltración química en fase vapor.(Chemical vapor impregnation, CVI)			
Unión por reacción. (Reaction Bonding)			

Este tipo de procesos se suele emplear para la fabricación de CMC's de tipo fibra larga (Licciulli, 1997; Park et al, 1998). Su uso se descarta en esta Tesis Doctoral precisamente por su complejidad y alto coste.

La fabricación de materiales cerámicos por medio de procesos convencionales se compone de los siguientes pasos, (figura 2.2):



Figura 2.2. Esquema de un proceso de fabricación convencional.

 Preparación de la materia prima. Se parte del material en forma de polvo muy fino. Las operaciones que se realizan en esta fase dependen del tipo de proceso. Si el refuerzo es de tipo discontinuo se procede a su dispersión en la matriz. También se añaden diversos aditivos para facilitar el proceso de fabricación e incrementar las propiedades del material final. Esto obliga a incluir operaciones de mezclado de los aditivos, refuerzo y matriz, a menudo por medio de un disolvente. En algunos procesos es necesario trabajar con el material en forma de aglomerados de tamaño homogéneo, por lo que esta fase incluye también una granulación.

 Fase de conformado. En esta fase se da forma a la pieza deseada pero sin alcanzar las propiedades finales. Los procesos de conformado se pueden dividir en dos grandes grupos: procesos en seco y procesos por vía húmeda, (tabla 2.5).

-
CONFORMADO EN SECO.
Compresión Uniaxial (Uniaxial pressing)
Compresión isostática de molde libre (Wet bag isostatic pressing)
Compresión isostática de molde ligado (Dry bag isostatic pressing)
Compresión en caliente (Hot pressing)
Compresión isostática en caliente (Hot isostatic pressing, HIP)
CONFORMADO POR VÍA HÚMEDA.
Moldeo en barbotina (Slip Casting)
Moldeo a la cera perdida
Moldeo en cinta (Tape Casting)
Sol-Gel
Extrusión
Moldeo por inyección (Injection Molding)

TABLA 2.5 Clasificación de los procesos de conformado

En algunos de estos procesos el conformado se realiza simultáneamente al sinterizado. Para la fabricación de CMC's, especialmente en el caso de fibras largas, se pueden combinar varios procesos de los presentados en la tabla (2.5) (Holmquist *et al, 1993*).

- Sinterizado. En esta fase se incrementa el grado de densificación del material mediante la aplicación de una temperatura elevada.
- *Fase de acabado.* Una vez fabricada la pieza se mecaniza con objeto de conseguir la geometría buscada.

### 2.3.2 PROCESOS DE CONFORMADO

### Procesos de conformado en seco

En estos procesos se trabaja con el material formando gránulos, con un bajo contenido de humedad. En todos ellos se alcanza la consolidación mediante la aplicación de presión al polvo cerámico en el interior de un molde. Se puede distinguir dos tipos de procesos:

- Procesos de conformado bajo presión. Entre ellos están la compresión uniaxial y la isostática. Ambas tienen en común que la pieza fabricada al salir del proceso de conformado, estado conocido como en verde, presenta una resistencia mecánica extremadamente baja lo que dificulta su manipulación. Es necesario añadir ligantes para incrementarla. El primero de estos procesos se caracteriza por su sencillez y bajo coste; sin embargo las propiedades del material fabricado son inferiores a las que se consiguen con la compresión isostática, que posee un peor control dimensional de las piezas fabricadas. La fabricación de CMC's reforzados con fibras presenta dificultades si se emplea la compactación uniaxial (Porter et al, 1987). Se suelen emplear procedimientos mixtos de fabricación; en primer lugar se fabrica una pieza en verde mediante compresión uniaxial y, una vez conseguida la geometría básica, se introduce en un molde flexible y se compacta mediante compresión isostática. Este proceso combinado se emplea, por ejemplo, en la fabricación de CMC's de alúmina reforzada con partículas de circona (Basu et al, 1996).
- Procesos de conformado combinados con el sinterizado. Son dos: la compresión en caliente y la compresión isostática en caliente. En estos procesos la aplicación de una presión combinada con una temperatura elevada facilita la sinterización. Con estos métodos se puede densificar a temperaturas menores que con un sinterizado sin presión, disminuyendo además el tiempo necesario para realizarlo. Dado que en estos procesos se pasa directamente desde el polvo a la pieza final no son necesarios ligantes, evitándose así los residuos

carbonosos que suelen dejar éstos. Se consigue una menor porosidad y una mayor resistencia que la que se puede alcanzar con los procesos de conformado clásicos. El inconveniente de estos métodos está en el alto coste del utillaje de compactación, debido a la necesidad de resistir las elevadas temperaturas requeridas para el proceso de sinterización. El método de compresión en caliente es el más empleado para fabricar materiales compuestos reforzados con whiskers, como podrían ser, por ejemplo, los casos de una matriz alúmina reforzada con whiskers de carburo de silicio (Wei *et al*, 1985) o con partículas de circona (Grigoryev *et al*, 1994). Empleando el método de compresión isostática en caliente se alcanza una densificación mayor que con la compresión en caliente ya que la presión se aplica en todas direcciones; además es aplicable a todo tipo de CMC's. El método de compresión en caliente también se emplea combinado con otros (sol-gel o moldeo de cintas) para la fabricación de CMC's de tipo laminado. En la tabla (2.6) aparece un resumen de las características de los diferentes procesos de conformado en seco.

Método	Comentario
Compresión uniaxial	• Aplicable a CMC's con refuerzo de tipo partículas
	Limitaciones de geometría
	Pocas necesidades de operaciones de acabado
	• Utillaje sencillo
Compresión isostática	Aplicable a CMC's con refuerzo de tipo partículas
	• Poca precisión dimensional en las piezas
	terminadas
	Requiere operaciones de acabado
	• Utillaje más complejo que el anterior
Compresión en caliente	• Aplicable a CMC's con refuerzo de tipo partículas
	o whiskers
	• Combinado con otros es aplicable a todo tipo de
	CMC's
	Utillaje complejo
Compresión isostática en caliente	Aplicable a todo tipo de CMC's
	Utillaje complejo

TABLA 2.6 Comparación de los métodos de conformado en seco

### Procesos de conformado por vía húmeda

Estos procesos de caracterizan por emplear el material en forma de una mezcla fluida. La consistencia de la misma varía desde la empleada en el moldeo en barbotina, que es una suspensión acuosa, hasta la de una mezcla plástica del moldeo por inyección. Esto exige la elaboración de una mezcla del polvo cerámico con un líquido o un polímero fundido junto a un conjunto de aditivos para controlar el comportamiento de la misma. En general se emplean para fabricar estructuras complejas, siendo necesarias pocas operaciones de acabado tras el sinterizado. Entre los procesos por vía húmeda se pueden distinguir:

- Aquellos en los que el polvo cerámico, junto con el refuerzo, se mezcla con un disolvente para formar una disolución. Para conseguir una densidad elevada y homogénea en el estado en verde se requiere una dispersión homogénea del polvo cerámico en el disolvente. Entre ellos se encuentran:
  - Moldeo en barbotina
  - Moldeo de cintas
  - Moldeo a la cera perdida
  - Proceso sol-gel.

Mediante el moldeo en barbotina es posible la fabricación de CMC's con refuerzo de partículas (Galassi *et al*, 1993). Para la fabricación de CMC's con otros tipos de refuerzo es necesario emplear procesos combinados. Mediante el moldeo de cintas, junto a la compresión en caliente, es posible fabricar CMC's de tipo laminado. El moldeo a la cera perdida se emplea para la fabricación de componentes de pequeño tamaño y gran complejidad, (CMC's con refuerzo de partículas). El proceso de solgel se distingue de los anteriores en que es un proceso químico de polimerización. Para la fabricación de CMC's con refuerzo de fibras largas debe combinarse con otros procesos, (infiltración de la solución en una preforma cerámica, bobinado, etc.). Con este proceso se pueden fabricar láminas preimpregnadas similares a las de los materiales compuestos poliméricos.

- Existen otros procesos de conformado por vía húmeda en los que el polvo cerámico se mezcla con un polímero fundido. Dependiendo de la forma de manipular dicha mezcla se distinguen dos tipos de procesos:
  - Extrusión
  - Moldeo por inyección

En estos procesos, tras el conformado, es necesario introducir una fase previa al sinterizado para eliminar el ligante por medios térmicos, químicos o capilares (Odriozola *et al*, 1994).

En la tabla (2.7) se presenta un resumen de los diferentes métodos de conformado por vía húmeda indicando las características principales de cada uno de ellos.

Método	Comentario	
Moldeo en barbotina	• Aplicable a CMC's con refuerzo de tipo partículas	
	• Utillaje sencillo	
Moldeo a la cera perdida	Aplicable a geometrías complicadas	
	• Utillaje complejo	
Moldeo de cintas	Combinado con otros permite la fabricación de	
	todo tipo de CMC's	
Sol-gel	• Aplicable a todo tipo de CMC's	
	• Utillaje de complejidad variable	
Extrusión	Aplicable a grandes series	
	• Utillaje complejo	
Moldeo por inyección	Aplicable a grandes series	
	• Utillaje complejo	

TABLA 2.7 Comparación de los métodos de conformado por vía húmeda

# 2.4 DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE LOS CMC's

## 2.4.1 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Para completar el diseño de un CMC es necesario conocer su comportamiento mecánico. Para ello se recurre a ensayos de caracterización mecánica, similares a los empleados con otros materiales (Adams *et al*, 1976). La realización de ensayos sobre los materiales cerámicos presenta dificultades debidas a su gran fragilidad.

Los métodos de ensayo a emplear con los CMC's reforzados por partículas o whiskers son los mismos que los empleados para materiales cerámicos monolíticos, asumiendo que las dimensiones del refuerzo son menores que el tamaño crítico de grieta y que aquél se encuentra distribuido uniformemente en la matriz. Con estas consideraciones el material compuesto se puede considerar isótropo y homogéneo (Quinn, 1991). Los métodos empleados para caracterizar mecánicamente los CMC's reforzados por fibras largas están derivados de los empleados con los materiales compuestos poliméricos.

Por otra parte, el comportamiento mecánico de los materiales, sean cerámicos o no, se ve afectado generalmente por la velocidad de deformación. Para caracterizar completamente un material es necesario realizar ensayos que cubran todo el rango de velocidades de deformación, con objeto de conocer su respuesta tanto a acciones estáticas como dinámicas.

#### Ensayos estáticos

Se consideran ensayos estáticos aquellos en los que la velocidad de deformación es muy baja (menores de  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup>). Este tipo de ensayos se realiza, en general, en máquinas universales de ensayo. Entre los ensayos estáticos los primeros que suelen realizarse son aquellos que permiten conocer la resistencia mecánica del material, en tracción y en compresión, y las constantes elásticas.
Ensayo de tracción. En los materiales cerámicos el ensayo de tracción simple es de difícil realización debido a su fragilidad: existen grandes dificultades para la sujeción de la probeta a la máquina de ensayos (Rocco et al, 1995). La resistencia mecánica en tracción se ve muy afectada por (Sedlacek et al, 1962): la microestructura y el estado superficial de la probeta. Para la realización de este ensayo sobre materiales cerámicos monolíticos o CMC's con refuerzo de partículas se puede seguir la norma ASTM C1273. Para CMC's reforzados con fibras largas se pueden emplear probetas y métodos similares a los desarrollados para materiales compuestos poliméricos (Celemín et al, 1996).

Dada la gran dificultad para realizar el ensayo de tracción convencional en materiales cerámicos se recurre a alguno de los llamados ensayos de tracción indirecta, como el ensayo de flexión estática y el ensayo de compresión diametral, para determinar la resistencia mecánica del material.

- Ensayo de flexión. Para los materiales cerámicos monolíticos y para los CMC's reforzados mediante partículas o whiskers el ensayo de flexión estática está normalizado. Existen varias normas que recogen procedimientos para su realización en diversos países, ASTM C1161, MIL-STD 1942, JIS R 1601, DIN 51 110 Part 1, y AFNOR B41-104 (Quinn, 1991). En esta tesis se seguirá la primera de ellas. Para los CMC's reforzados con fibras largas muchas de las hipótesis que se han propuesto para el caso de materiales isótropos no se cumplen, En este caso se encuentran combinados efectos de tensión, compresión y cortadura. Si se emplean vigas muy esbeltas, con esbelteces superiores a 60 (Melchosky, 1986) la componente normal del vector tensión es la preponderante.
- Ensayo de compresión diametral. En este ensayo, debido a que el material está sometido a un estado biaxial de carga, con una tensión de compresión mucho mayor que en tracción, no es posible realizar una comparación directa entre los resultados obtenidos en un ensayo de tracción directa. En general los valores de resistencia se encuentran entre los de un ensayo de tracción simple y los de un

ensayo de flexión (Rocco *et al*, 1995). Aunque estas relaciones de valores dependen del material, del tamaño de las probetas y de las condiciones de ensayo. Existe normativa para la realización de este ensayo en condiciones estáticas (ASTM C496-96). Aunque su aplicación se refiere a hormigones, las recomendaciones que aparecen en dicha norma pueden también aplicarse a otros materiales frágiles. Existen otras normas que admiten geometrías diferentes (Rocco, 1996) también de aplicación a hormigones.

#### **Ensayos dinámicos**

La caracterización mecánica de materiales cerámicos (mediante ensayos dinámicos) está menos desarrollada. Al contrario que en condiciones estáticas, no existen en la literatura muchas referencias sobre propiedades mecánicas de materiales cerámicos en condiciones dinámicas; únicamente existen estudios concretos sobre algunos materiales en particular. Los ensayos dinámicos se clasifican en función de la velocidad de deformación: medias  $(10^{-1} < \varepsilon^{\circ} < 10^{2} \text{ s}^{-1})$ , altas  $(10^{2} < \varepsilon^{\circ} < 10^{4} \text{ s}^{-1})$  y muy altas  $(> 10^{4} \text{ s}^{-1})$ .

En condiciones dinámicas existen las mismas limitaciones para la realización del ensayo de tracción directa, por lo que se suele recurrir también a los ensayos de tracción indirecta (flexión y de compresión diametral).

- Ensayo de flexión. En condiciones dinámicas se puede realizar empleando varios dispositivos: a velocidades medias es posible emplear una torre de caída de peso (Kishi, 1991) o un péndulo Charpy instrumentado (Kalthoff *et al*, 1998). A velocidades altas se puede recurrir a un dispositivo derivado de la barra Hopkinson (Ogawa *et al*, 1998). No se ha encontrado normativa aplicable a este ensayo, aunque a velocidades medias se puede recurrir a las recomendaciones de la norma ASTM E-23 para aceros pulvimetalúrgicos.
- Ensayo de compresión diametral. Se puede realizar también en condiciones dinámicas (Rodriguez et al, 1994) empleando un dispositivo de barra Hopkinson.

## 2.4.2 CARACTERIZACIÓN ESTADÍSTICA

Los materiales cerámicos presentan una amplia dispersión en sus valores de resistencia mecánica en tracción debido a su sensibilidad a la presencia de defectos. Por ello es necesario un tratamiento estadístico de los resultados de los ensayos mecánicos. Para abordar este fenómeno se ha demostrado que el empleo de la función de distribución propuesta originariamente por W. Weibull representa adecuadamente el comportamiento de los materiales frágiles (Weibull, 1951). La aplicación del modelo de Weibull al comportamiento mecánico de un material frágil exige que (Quinn, 1991):

- el material sea homogéneo
- la población de defectos que limita la resistencia sea la misma independientemente de la forma de preparación de las probetas de ensayo
- los defectos estén distribuidos aleatoriamente en el interior del material
- el tamaño de los defectos sea muy pequeño comparado con el de la probeta
- sólo exista un mecanismo de rotura en la probeta

La aplicación de la distribución de Weibull se basa en la aplicación de la hipótesis de la cadena: el fallo del elemento más débil causa el fallo de todo el componente (Petrovic, 1987). La forma más general de la función de distribución,  $F(\sigma)$ , de Weibull es:

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o}\right)^m\right)$$
(2.1)

donde  $F(\sigma)$  representa la probabilidad de que el material rompa al aplicar una tensión igual o inferior a  $\sigma$ . Los parámetros  $\sigma_u$ ,  $\sigma_o$  y *m* se denominan, respectivamente, parámetro de posición, de escala y de forma.

El parámetro de forma, también llamado módulo de Weibull, se emplea ampliamente como índice para indicar la dispersión de valores de resistencia que presenta un material cerámico. En los materiales cerámicos avanzados este valor varía entre 5 y 20 (Khalili *et al*, 1991). Cuanto mayor es este parámetro menor es la dispersión de resultados de los diferentes ensayos. En el estudio de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos se suele emplear una función de Weibull de sólo dos parámetros (Siedel *et al*, 1995): el de escala, también llamado resistencia característica, y el módulo de Weibull. Esta distribución corresponde a asignar un valor nulo al parámetro de posición en la ecuación (2.1), es decir:

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m\right)$$
(2.2)

La distribución de Weibull de dos parámetros tiene sus limitaciones. No es posible aplicarla en una serie de ensayos en los que el material rompa debido a la existencia de más de un tipo de defectos; por ejemplo, si existieran fisuras de dos tamaños diferentes. En este caso es necesario emplear métodos para descartar valores que no pertenezcan a una misma distribución de Weibull; de este modo se pueden agrupar los resultados en varias series a las que se pueden ajustar diferentes distribuciones.

# 3. FABRICACIÓN DEL MATERIAL CERÁMICO

## RESUMEN

En este capítulo se presenta el procedimiento de fabricación del material compuesto desarrollado en esta tesis doctoral. Para conseguir fabricar dicho material ha sido necesario diseñar y construir el utillaje adecuado.

Inicialmente se exponen las razones que han llevado a seleccionar el método de fabricación y el tipo de refuerzo. Aunque ambos procesos de selección se describen separadamente, en realidad son simultáneos y están ligados entre sí.

Como proceso de fabricación del material compuesto se ha elegido la compactación uniaxial, describiéndose las diferentes etapas del mismo e indicando cuáles son los parámetros que es necesario seleccionar. Para su estimación se han realizado una serie de ensayos sobre el material sin reforzar. Relacionado con el desarrollo del protocolo de fabricación está el diseño del utillaje necesario para realizarlo, que es descrito con profundidad.

Una vez diseñado el proceso completo de fabricación se incluyen las medidas de densidad realizadas sobre las diferentes probetas y materiales fabricados. La medida de densidad resulta básica para analizar el proceso de fabricación del material ya que es un indicador de la calidad del mismo.

Finalmente en este capítulo se construyen los diagramas de compactación de los diferentes materiales fabricados. Aplicando diversos modelos empíricos es posible ajustar funciones que aproximan la relación entre la densidad del material tras la compactación y la presión aplicada.

## 3.1 SELECCIÓN DEL MÉTODO DE FABRICACIÓN

El método de fabricación a emplear debe combinar una sencillez de desarrollo y operación con un coste reducido y, a la vez, producir un material con propiedades comparables a las obtenidas por procesos más sofisticados. Además de estas consideraciones, el método debe emplear equipos comunes en laboratorios, no exigiendo una gran inversión en el desarrollo de nuevo utillaje.

En la selección del método de fabricación es necesario considerar el tipo de material compuesto que se va a fabricar ya que, como se presentó en el capítulo anterior, no todos los métodos permiten fabricar la totalidad de los CMC's. Por ello la selección del método de fabricación y la del tipo de material están ligadas entre sí y se han realizado simultáneamente.

Examinados los diferentes procesos de conformado presentados en el capítulo anterior, se ha seleccionado para este trabajo de tesis doctoral el método de compresión uniaxial confinada seguida de una sinterización sin presión. Este método es más simple, exige pocas operaciones de preparación de la materia prima y permite emplear equipos existentes para la aplicación de la presión, como pueden ser las máquinas universales de ensayo. Se consigue una buena precisión dimensional combinada con la posibilidad de fabricar geometrías variadas, lo que reduce mucho la necesidad de realizar operaciones de acabado sobre la pieza. Estas operaciones son difíciles y costosas de realizar sobre los materiales cerámicos debido a su gran dureza y fragilidad.

Otros procesos requieren una gran inversión en utillaje y un largo tiempo de desarrollo que los hace inviables en el ámbito de la presente tesis. La selección este método de fabricación implica asumir que el material fabricado no va a presentar unas propiedades mecánicas sobresalientes, aunque si comparables a las obtenidas por otros métodos mucho más sofisticados, con el consiguiente ahorro económico que esto conlleva.

38

## 3.2 SELECCIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO.

## 3.2.1 SELECCIÓN DE LA MATRIZ

El material más empleado en la mayoría de las aplicaciones descritas en el capítulo de introducción general es la alúmina,  $Al_2O_3$ ; las razones para ello son su mayor disponibilidad, su facilidad de fabricación, sus buenas propiedades mecánicas y su coste moderado. Aunque en las aplicaciones previstas en la presente tesis también se podrían considerar otros materiales como el carburo de silicio y el nitruro de silicio, el método de fabricación a emplear impide su elección. En la fabricación de carburos y nitruros la atmósfera de sinterización no debe contener oxígeno para evitar su descomposición; estas limitaciones no existen si el material seleccionado es la alúmina.

En aplicaciones estructurales se emplean alúminas de purezas elevadas (> 99%), grano fino (< 8 $\mu$ m), y con una porosidad reducida. Esto obliga a emplear polvos de alúmina de tamaño submicrométrico como material de partida. Para evitar el crecimiento de grano durante el sinterizado se emplean aditivos como el óxido de magnesio (Heuer, 1979; Berry y Harmer, 1985).

La atmósfera de sinterización cuando se pretende fabricar alúmina no puede contener nitrógeno, helio o argón. Este material es impermeable a esos gases, que quedan atrapados dentro cuando la porosidad a lo largo de la sinterización adquiere una estructura cerrada. La presencia de estos gases impide la contracción de los poros y, por tanto, alcanzar una densidad igual a la teórica. Para evitar este problema es necesario realizar el sinterizado en una atmósfera de hidrógeno u oxígeno (Coble, 1962). Debido a que el horno que se va a emplear no dispone de atmósfera controlada la densidad que se alcanzará nunca será la teórica, lo que influenciará negativamente en las propiedades.

En resumen, se ha decidido emplear como matriz alúmina de alta pureza, adquiriendo el material en forma de polvo submicrométrico, con pequeñas cantidades de magnesio como aditivo para evitar el crecimiento de grano en el sinterizado.

## 3.2.2 SELECCIÓN DEL REFUERZO

El material a seleccionar como refuerzo debe ser compatible con la matriz. Los materiales que son compatibles con la alúmina son, entre otros: circona, alúmina, nitruro de aluminio, carburo de silicio y carbono.

La selección de un material de tipo carburo o nitruro exige realizar la sinterización en una atmósfera controlada en ausencia de oxígeno. Debido a las altas temperaturas que se producen durante este proceso estos materiales se oxidan. Este fenómeno se produce aunque la atmósfera de sinterización sólo contenga pequeñas cantidades de oxígeno (Barclay *et al*,1987). Dado que un horno que permita sinterizar con este tipo de atmósfera es muy costoso, este tipo de refuerzo ha tenido que descartarse por no ajustarse a los requisitos de coste que se exigen al proceso de fabricación. Con esta limitación los únicos materiales posibles son los de tipo óxido: la circona y la propia alúmina.

La elección del método de conformado limita la selección del refuerzo. Mediante compactación uniaxial el refuerzo solo puede ser de tipo discontinuo: fibras cortas, whiskers, partículas o plaquetas.

Para analizar la posibilidad de emplear un refuerzo de tipo whiskers o de fibras muy cortas se seleccionó alúmina policristalina en fibras cortas, ZIRCAR, tipo ALBF-1, cuyas principales características son:

- Composición: 95% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- Densidad: 3400 kg/m<sup>3</sup>
- Longitud: 3.2 mm
- Diámetro: 3µm

Este material tiene una menor pureza que la matriz, que es una alúmina del 99,97 % de pureza, por lo que no resulta adecuado para mejorar sus propiedades. Sólo se ha seleccionado por su disponibilidad y únicamente para analizar si era posible fabricar materiales compuestos de tipo fibra corta de alta densidad mediante compresión uniaxial.

Se fabricó un material Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-10‰<sub>wt</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3f</sub> a una presión de 87 MPa y a dos temperaturas de sinterización diferentes: 1450°C y 1550°C. El proceso de conformado condujo a materiales comparables desde el punto de vista de la densidad (tabla 3.1). Tras un sinterizado a 1450°C la alúmina monolítica alcanzó una densidad aproximadamente de un 70% de la teórica, y algo menor la alúmina reforzada, alrededor del 60%, (tabla 3.2). Las diferencia más significativas se encontraron tras el sinterizado a 1550°C. La alúmina reforzada aumentó su densidad muy poco, únicamente hasta al 70%, frente a una densidad final de la alúmina monolítica prácticamente del 100%, lo que supone un 30% más densa que el material compuesto, (tabla 3.3).

Materialdensidad (kg/m³)Densidad relativa %Sin refuerzo223457%con refuerzo221857%

**TABLA 3.1 Densidad en verde** 

TABLA 3.2 Densidad del material sinterizado a 1450°C

Pastilla	densidad ( kg/m <sup>3</sup> )	Densidad relativa %
sin refuerzo	2735	69%
con refuerzo	2259	58%

TABLA 3.3 Densidad del material sinterizado a 1550°C

Pastilla	densidad ( kg/m <sup>3</sup> )	Densidad relativa %
sin refuerzo	3901	99%
con refuerzo	2757	71%

No sólo la presencia de las fibras inhibe fuertemente la sinterización, tal como se observa en la figura 3.1, sino que la textura de la probeta de alúmina reforzada es muy similar a la que posee antes del sinterizado.



Figura 3.1. Probeta de alúmina monolítica, (izquierda), y probeta de alúmina reforzada con 10% en peso de fibras de alúmina-sílice, (derecha). Parámetros de fabricación: Presión aplicada: 87 MPa durante 50 s. Temperatura de sinterización: 1550°C durante 1 h.

Otros investigadores han encontrado también este mismo fenómeno. Para el caso de un material de alúmina reforzada con un 15% en peso de whiskers de SiC fabricado mediante moldeo en barbotina bajo presión y sinterizado a 1550°C se ha encontrado que no se produce ningún tipo de densificación (Porter *er al*, 1987).



Figura 3.2. Red aleatoria de fibras formada en un material cerámico reforzado con fibras.

El origen de la disminución en la densificación está en la existencia de una red tridimensional formada por las fibras del refuerzo, figura 3.2; esta estructura reticular impide que la matriz se contraiga durante el proceso de sinterizado. Empleando polvo de alúmina muy fino y con un cuidadoso control del proceso de compactación, es posible fabricar materiales compuestos reforzados con whiskers de SiC con densidades relativas por encima del 90% (Lee *et al*, 1994). Así en la fabricación de un CMC de matriz alúmina con un refuerzo del 3% en volumen de whiskers de SiC mediante un proceso similar al moldeo por barbotina y sinterizado a 1800°C, estos autores alcanzaron una densidad del

80÷90% de la teórica. La incorporación de aditivos como el  $Y_2O_3$  a dichos materiales incrementaría la densidad a valores próximos al 95%, que aún es bastante baja para aplicaciones estructurales.

Para evitar estos problemas, la fabricación de compuestos reforzados con whiskers se realiza siempre mediante procesos más complejos, como la compresión en caliente, la compresión isostática o la unión por reacción. Por otro lado los whiskers son muy costosos lo que se aleja del propósito de la tesis de fabricar materiales de bajo coste. Además los whiskers, debido a su pequeño tamaño presentan un gran riesgo para la salud (Birchal *et al*, 1988), por todo ello se ha decidido no emplear como refuerzo whiskers o fibras cortas.

Como alternativa a los whiskers se podría emplear un refuerzo en forma de plaquetas. Si se emplean métodos tradicionales, tales como la compactación uniaxial, se produce un incremento en ductilidad acompañado por una reducción de la resistencia mecánica en flexión (Dey, 1993). Para la fabricación de este tipo de CMC's se recurre, al igual que el caso de los whiskers, a métodos más complejos como la compresión en caliente (Chou *et al*, 1993) o la compresión isostática en caliente (Andrades *et al*, 1995).

A la vista de todas las limitaciones anteriores, se ha decidido reforzar la alúmina con partículas de circona. En un material reforzado con una circona parcialmente estabilizada el campo de tensiones alrededor de una fisura desestabiliza la fase tretragonal y origina la transformación a fase monoclínica. Este cambio lleva asociado un aumento de volumen que genera unas tensiones de compresión sobre el borde de la fisura que reducen el factor de concentración de tensiones, lo cual tiene como consecuencia un aumento de la tenacidad de fractura (Lange, 1982). La tenacidad de fractura de estos materiales disminuye al incrementarse la temperatura ya que la fase tetragonal se vuelve más estable (Becher *et al*, 1988). Generalmente se emplean partículas de circona muy pequeñas,  $(0,2\div0,4 \mu m)$ , en una matriz de alúmina de grano fino,  $(1\div3 \mu m)$ . Los porcentajes de circona varían entre el 10 y el 30%. Se pueden alcanzar resistencias mecánicas en flexión muy elevadas (900÷1000 MPa (Grigoryev *et al*, 1994)), aunque se han conseguido valores de hasta 2500 MPa empleando circona estabilizada con itria (Moya, 1994). La tenacidad de fractura de estos materiales también aumenta (8 MPa·m<sup>1/2</sup>, (Grigoryev *et al*, 1994)). En todos los casos los métodos de fabricación empleados se basan en conseguir una elevada dispersión del refuerzo en la matriz por medios químicos, proceso sol-gel o derivados, o empleando procesos de fabricación complejos, tales como: compresión isostática, (Duan *et al*, 1993), compresión en caliente, (Kellet *et al*, 1986), o unión por reacción, (Boutz *et al*, 1995). La compresión uniaxial no es utilizada para fabricar este tipo de compuestos. Algunos autores (Okada *et al*, 1994) la emplean como un primer paso, compactando a baja presión ( $\approx$ 30 MPa) para, posteriormente, aplicar una compresión isostática.

#### 3.2.3 MATERIALES EMPLEADOS

Como matriz se utilizó inicialmente  $\alpha$ -alúmina de la casa Alcoa, codigoCT 300SG. Este material tiene la siguiente composición química proporcionada por el fabricante.

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO
99,6%	0,1%	0,08%	0,03%	0,02%

TABLA 3.4 Composición de la alúmina ALCOA CT 300SG

Algunas propiedades básicas de esta matriz, también proporcionadas por el fabricante, son:

Densidad teórica, kg/m <sup>3</sup>	3987
Módulo de elasticidad, GPa	380
Tensión de rotura, MPa	480
Temperatura de fusión, °C	2051
Tamaño medio partículas, µm	0,5

TABLA 3.5 Propiedades básicas de la alúmina ALCOA CT300SG

Sin embargo, presenta unas condiciones de sinterizado más estrictas que otras alúminas, en particular que la Condea APA-0.5 con 500 ppm de MgO. La temperatura de sinterizado y el tiempo de permanencia a esa temperatura deben ser mayores para alcanzar la misma densidad. Así, por ejemplo, sinterizando la Alcoa a 1500°C no se alcanza el 90% de la densidad teórica, en cambio utilizando la Condea se llega casi al 99%. Por ello se decidió

emplear la alúmina Condea. Se adquirió una gran cantidad de material, 25 kg, con lo que no han sido necesario nuevas partidas, evitando que, al adquirir una nueva, existan pequeñas variaciones en su composición, tamaño de grano, etc., que puedan afectar al comportamiento del material en desarrollo.

En la tabla (3.6) se muestra la composición química de la alúmina de Condea APA-0.5 con 500 ppm de MgO que proporciona el fabricante. En este caso el fabricante no proporcionó las propiedades mecánicas esperadas de esta alúmina, únicamente su densidad teórica,  $(3960 \text{ kg/m}^3)$ .

TABLA 3.6 Composición de la alúmina Condea APA-0.5				
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na	Si	Fe	Ca
99,97%	10ppm	40ppm	98ppm	5ppm

Como refuerzo se ha empleado circona parcialmente estabilizada Tosoh 3YB con una densidad teórica de 6050 kg/m<sup>3</sup> y un tamaño de grano de 0,5 µm. La composición de este material se encuentra recogida en la tabla (3.7).

TABLA 3.7 Composición de la circona Tosoh YB

ZrO <sub>2</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
94,8% <sub>wt</sub>	3% <sub>mol</sub>	< 0,1% <sub>wt</sub>

Se decidió fabricar alúmina monolítica como material base para desarrollar el protocolo de fabricación, los procedimientos de ensayo y como material de referencia con el que comparar las propiedades del material compuesto. Este material se ha codificado como Z0 en los estudios posteriores. Además se ha fabricado un material compuesto alúmina-circona con dos porcentajes de circona. Para un material fabricado mediante compresión en caliente el porcentaje que proporciona un valor óptimo de resistencia en flexión estática es del 30% en peso (Grigoryev et al, 1994). Ya que no se conoce si este porcentaje también es el óptimo en condiciones dinámicas, además de un refuerzo del 30% de circona, material codificado como Z2, se ha empleado un valor intermedio del 15% en peso, que se ha codificado Z1 en esta tesis.

## **3.3 PROCESO DE FABRICACIÓN**

## 3.3.1 INTRODUCCIÓN

El proceso de fabricación, tanto del material monolítico como del material compuesto consta de tres fases: preparación del material de partida, compactación y sinterizado. Se ha diseñado utilizando sólo alúmina monolítica sin ningún tipo de refuerzo. De este modo se reduce el coste del desarrollo del proceso de fabricación ya que se evita emplear circona, cuyo coste es elevado, en esta fase del trabajo.



Figura 3.3. Evolución del material a lo largo del proceso de fabricación. a) Material granulado alúmina-circona. b) Pastilla compactada, 260 mm. c) Pastilla sinterizada, 250 mm aproximadamente. d) Probetas de flexión estática mecanizadas a partir de la pastilla sinterizada.

El proceso de conformado seleccionado ha sido, como ya se ha comentado, la compresión uniaxial. Se han empleado diversos útiles para la fabricación de las diferentes probetas necesarias en los ensayos. En la figura 3.3 se representa la evolución del material a lo largo del proceso de fabricación empleando uno de los útiles desarrollados. En este caso existe una fase adicional en el proceso de fabricación: la fase de acabado. Para la fabricación de algunas probetas ha sido necesario mecanizar la pastilla fabricada para alcanzar la forma deseada.

## 3.3.2 PREPARACIÓN DEL MATERIAL DE PARTIDA

Antes de realizar el proceso de conformado es necesario realizar una serie de pasos para adecuar el material de partida. Estos procesos son: el mezclado, la incorporación de aditivos y la granulación.

#### Mezclado

El mezclado tiene por objeto asegurar una adecuada dispersión del refuerzo en el seno de la matriz. Evidentemente esta etapa sólo existe cuando se fabrica la alúmina con refuerzo. Inicialmente en este trabajo se realizó en seco mezclando mecánicamente ambas fases en un molino de bolas diseñado al efecto. Con este sistema no se logró una adecuada dispersión del refuerzo en la matriz por lo que se recurrió a un mezclado por vía húmeda, creando una solución del polvo cerámico en alcohol isopropílico. Esta solución se lleva posteriormente a un molino de bolas de alúmina, donde permanece durante 60 minutos. Una vez mezclados de forma homogénea los dos componentes del material compuesto, la mezcla se seca para eliminar el alcohol durante 7 días en una estufa a una temperatura de 70°C. Tanto la alúmina como la circona se han empleado tal como se recibieron del fabricante, sin ninguna preparación previa. Esta fase de preparación del material de partida se ha realizado íntegramente en el Instituto de Cerámica y Vidrio del CSIC.

Al finalizar la fase de mezclado el material queda cohesionado formando grandes bloques. Antes de realizar las siguientes fases del proceso se ha tamizado hasta un tamaño máximo de los gránulos de 0,162 mm.

#### Granulación

Para la fabricación de un material cerámico mediante una sinterización en estado sólido se necesita partir de un material con una gran energía superficial. Esto obliga a emplear tamaños de polvos extremadamente finos, por debajo de una micra. Sin embargo el material en forma de polvo fino y seco no resulta adecuado como material de partida para realizar un proceso de conformado. Espontáneamente, debido a la humedad ambiental,



se forman aglomerados de tamaño no uniforme. El material resultante tiene una pobre capacidad de flujo y no rellena adecuadamente el molde. Además, polvos tan finos, se deslizan por la separación molde-macho provocando el deterioro del utillaje debido a su elevada dureza. Por otro lado el polvo de esos tamaños presenta riesgos para la salud caso de ser inhalados. Es necesario, por tanto, realizar un proceso de granulación añadiendo un líquido de forma controlada para conseguir unos aglomerados de tamaño uniforme, llamados gránulos. Este tamaño depende de la utilización de la cerámica y del proceso de fabricación a emplear.

El proceso de aglomeración consta de dos fases:

- Inicialmente se forma un pequeño aglomerado cuando una gota del líquido pulverizado choca contra un grupo de partículas y es absorbida. Mediante fuerzas de capilaridad se produce la unión entre las partículas para formar el núcleo del aglomerado. El número de núcleos se incrementa si el líquido se pulveriza formando una neblina muy fina y, simultáneamente, el polvo cerámico se agita.
- Después se produce el crecimiento de lo aglomerados por adición de partículas, capa a capa, o de pequeños aglomerados al aglomerado núcleo.

En este proceso es muy importante la cantidad de líquido que se añade al material. A mayor cantidad, mayor tamaño de gránulos, mayor distribución de tamaños y mayor porosidad. La cantidad de líquido necesaria se incrementa cuando el polvo tiene un tamaño menor.

El tamaño máximo de los gránulos está limitado porque un tamaño excesivo, aunque tiene una gran capacidad de flujo, origina piezas de baja densidad que necesitan mayores temperaturas de sinterización y que presentan unas peores propiedades mecánicas. Interesan gránulos de forma los más esférica posible y con una superficie suave de un diámetro mayor de 20 µm. Si existen más de un 5% de gránulos menores de ese tamaño se dificulta la capacidad de flujo del polvo (Reed, 1995).

En la fabricación del material desarrollado, buscando alcanzar el máximo grado de simplificación posible, se trató de eliminar la necesidad de cualquier tipo de granulación. Sin embargo, las probetas no compactaron adecuadamente cuando se empleaba un útil de compactación de gran tamaño. Las probetas aparecían exfoliadas al finalizar el proceso de conformado. Por ello se seleccionó una granulación simple, pulverizando un líquido, agua destilada en una proporción del 30%, sobre el polvo sin aglomerar. Este método produce aglomerados de tamaño muy variable. Para uniformizar tamaños se procedió a realizar un tamizado de dos fases para conseguir un tamaño de gránulo máximo de 160 µm, que está dentro del rango de tamaños empleados en la fabricación de cerámicas avanzadas el cual suele variar entre 40 y 200 µm. De este modo se eliminó el problema de la exfoliación de las probetas pero, tras la fase de sinterizado, aparecían grietas, figura 3.12, por lo que fue necesario recurrir a aditivos.

#### Aditivos

En el procesado de materiales cerámicos mediante compactación uniaxial se suelen emplear aditivos con dos objetivos (Lewis, 1996): incrementar la resistencia mecánica de la pieza en verde y reducir el rozamiento con la pared del molde. Para ello se emplean básicamente dos aditivos, ligantes y lubricantes.

Como ligantes se pueden emplear una gran variedad de compuestos químicos, tales como celulosas, alcoholes polimerizados, ceras o polisacáridos (dextrina) (McHale, 1987; Reed, 1995). Se seleccionó la dextrina como ligante en esta tesis por su fácil disponibilidad y muy bajo costo. El aditivo se añade al realizar la granulación, empleando una solución al 10% de dextrina en agua que es pulverizada sobre el polvo cerámico. La pulverización está controlada de forma que el porcentaje de ligante añadido al material cerámico sea del 3% en peso ya que el proceso de fabricación es en seco.

Como posteriormente se expondrá, también se ha empleado un lubricante para reducir el rozamiento entre la pieza fabricada y las paredes del molde, aunque este no se añade al polvo cerámico sino que se aplica directamente sobre las paredes del molde.

## 3.3.3 COMPACTACIÓN UNIAXIAL

#### Descripción del proceso

El proceso de compactación se considera convencionalmente dividido en tres fases (McEntire, 1987):

- En la fase inicial los gránulos deslizan y se reordenan al aplicar la carga, sin que apenas exista deformación de las partículas. Durante la reordenación de los gránulos éstos pueden sufrir una pequeña fragmentación. En esta fase se produce aproximadamente la mitad del desplazamiento del punzón. Inicialmente la velocidad de densificación es muy alta pero se reduce al superar la presión de compactación los 5÷10 MPa.
- En la segunda fase el polvo aglomerado se deforma y fragmenta. Los huecos entre los gránulos no desaparecen pero son rellenados por los fragmentos de los gránulos rotos. En esta fase empiezan a jugar un papel importante las partículas individuales que formaban los gránulos. La presión de compactación en esta fase está entre 50 y 100 MPa. Casi el 50% restante del movimiento del punzón ocurre en esta fase.
- Cuando los gránulos se han roto y no pueden reordenarse porque quedan pócos huecos por rellenar el principal mecanismo de la compactación es la compresión volumétrica. Todavía se pueden producir fragmentaciones de partículas pero su influencia es ya pequeña. En esta fase se alcanza la presión máxima que está comprendida entre 50 y 200 MPa.

Una vez aplicada la presión, ésta se reduce a cero para proceder a la extracción del molde de la probeta fabricada; produciéndose una recuperación dimensional de la misma. La magnitud de esa recuperación depende del material empleado, de los aditivos y de la presión máxima. En general, a mayor presión mayor grado de recuperación. Es en la fase de extracción donde, debido a este fenómeno de recuperación, surgen problemas que pueden llevar a la rotura de la pieza en algunas configuraciones típicas (rotura copa-cono, deslaminaciones, fracturas). Cuando la carga cae a cero la probeta fabricada, todavía en el

interior del molde, sufre una expansión axial, aunque muy pequeña (<1%), suficiente para iniciar la formación de grietas.

#### Selección de los parámetros del proceso

Para realizar el proceso de conformado se han empleado tres útiles de compactación, dos de acción simple (con geometría circular, de 13 y 60 mm de diámetro) y un útil de matriz flotante (de forma prismática). El ciclo de compactación se ha desarrollado para el útil de acción simple de 60 mm de diámetro, que fue el primero en fabricarse, empleando alúmina monolítica.



Figura 3.4. Ciclos de compactación. a) Ciclo en doble escalón. b) Ciclo en escalón simple.

La forma más usual de aplicar la presión necesaria para compactar el polvo cerámico es mediante un ciclo en doble escalón (Bortzmeyer, 1995), figura 3.4.a. Inicialmente se aplica presión hasta alcanzar un valor de aproximadamente un 70% de la máxima, manteniéndose dicha presión un cierto tiempo. Posteriormente se eleva la presión hasta el valor máximo y se mantiene durante unos instantes. El objeto de este proceso es facilitar la extracción del aire atrapado en el interior del molde aumentado de esta forma la densidad en verde de la probeta. Analizadas las densidades de probetas fabricadas empleando un ciclo de escalón simple, figura 3.4.b, y las fabricadas empleando el ciclo de doble escalón, figura 3.4.a, se ha encontrado que la densidad es similar en ambos casos siempre que la velocidad de aplicación de la presión en el ciclo de escalón simple sea muy lenta. Por tanto en la fabricación de la totalidad de las probetas de este trabajo de tesis doctoral se ha empleado el ciclo de escalón simple por su mayor simplicidad de programación. La presión se ha aplicado mediante diferentes máquinas universales de ensayos<sup>1</sup>, aunque se pueden emplear dispositivos más simples siempre que puedan controlar la presión y la velocidad de aplicación de la carga.

La presión máxima que se emplea en los procesos de compactación uniaxial suele variar entre 30 y 140 MPa (Lewis, 1996). En los procesos industriales, incluso en la fabricación de cerámicas avanzadas, las presiones suelen ser inferiores a 100 MPa. Para seleccionar el valor de la presión se ha analizado la influencia de ésta en la densidad en verde del material. Se han fabricado ocho series de diez probetas cilíndricas, de alúmina monolítica, a diferentes presiones. La variación de la densidad en verde con la presión se muestra en la figura 3.5 y la de la densidad una vez sinterizado el material en la figura 3.6.

En dichas figuras se puede observar como la densidad final aumenta con la presión, sin embargo por encima de 80÷100 MPa el aumento es muy pequeño. Es de destacar que la dispersión de resultados es muy reducida. Existe una limitación en la presión máxima que se puede aplicar; para presiones muy elevadas aparecen problemas de deslaminaciones en las probetas compactadas. En el caso del útil de 60 mm de diámetro no se pueden emplear presiones superiores a 87 MPa ya que al extraer las probetas del útil se produce una rotura característica en copa-cono. Para poder comparar entre las diferentes probetas fabricadas con los diferentes útiles es necesario que todas ellas se fabriquen en las mismas condiciones, por ello se ha tomado como carga máxima esa presión que está dentro del rango de presiones usuales.

También se ha analizado la influencia del tiempo de aplicación de la carga en la densidad del material fabricado, tal como se muestra en las figuras 3.7 y 3.8. En este caso se observa que no existe influencia apreciable del tiempo de aplicación de la presión en el valor alcanzado de la densidad final. En el caso de la densidad en verde la densidad relativa es la misma, dentro del error de medida, independientemente del tiempo de aplicación de la carga. Se ha decidido, no obstante, emplear un tiempo de permanencia a alta presión de 120 s ya que, aunque la densidad sea comparable, pueden aparecer grietas cuando se emplean tiempos reducidos en el útil mayor, debido probablemente a aire atrapado.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Máquinas universales de ensayo SERVOSIS 1000 kN, 250 kN hidráulicas y 100kN electromecánica.



Figura 3.5. Variación de la densidad con la presión, (probetas en verde). Tiempo de aplicación de la presión 120 s. Probetas cilíndricas de 13 mm de diámetro.



Figura 3.6. Variación de la densidad con la presión, (probetas sinterizadas). Tiempo de aplicación de la presión 120 s. Probetas cilíndricas de 13 mm de diámetro.



Figura 3.7. Variación de la densidad con el tiempo de aplicación de la presión, (probetas en verde). Presión aplicada 87 MPa. Probetas cilíndricas de 13 mm de diámetro.



Figura 3.8. Variación de la densidad con el tiempo de aplicación de la presión, (probetas sinterizadas). Presión aplicada 87 MPa. Probetas cilíndricas de 13 mm de diámetro.

54

Aunque la mayoría de los autores controlan el proceso de compactación en posición, imponiendo una velocidad de desplazamiento, en la fabricación de los materiales de la presente tesis ha sido necesario emplean un control en fuerza, imponiendo una velocidad de aplicación de la carga, por limitaciones del equipo disponible.

Como resumen, los parámetros del ciclo de compactación, seleccionados tras el estudio realizado en este apartado, son los siguientes:

- Presión máxima: 87 MPa
- Velocidad de carga: 35 kPa/s
- Velocidad de descarga: 173 kPa/s
- Tiempo de permanencia a presión máxima: 120 s
- Escalones de carga: 1

Para permitir comparar adecuadamente entre la alúmina monolítica y la reforzada con circona se ha decidido emplear este mismo ciclo para todos los materiales desarrollados en la presente tesis. Estos parámetros se traducen en valores ligeramente diferentes de cargas aplicadas y velocidad de aplicación para los tres tipos de útiles de compactación debidos su diferente geometría y a que se han empleado diferentes máquinas.

#### 3.3.4 SINTERIZADO

El sinterizado se ha realizado en un horno<sup>1</sup> en atmósfera no controlada, esto ha originado que no se haya podido alcanzar la máxima densidad de la alúmina. Para la determinación de los parámetros del ciclo de sinterizado se han recurrido a los resultados del estudio realizado por R. Moreno *et al*, 1993, para la alúmina Condea APA-0,5. A mayor temperatura se alcanza un mayor grado de densificación, sin embargo la temperatura máxima está limitada. Por un lado el horno disponible sólo alcanza 1700°C de temperatura durante breves periodos de tiempo, además cuanto mayor es la temperatura y el tiempo de permanencia a dicha temperatura mayor es el crecimiento de grano.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Horno FTL modelo ST-2, potencia: 5800 w, temperatura máxima: 1700°C.

Convencionalmente se realiza una fase de quemado con anterioridad al sinterizado para eliminar los aditivos orgánicos. En general se realiza un calentamiento a unos 3°C/min hasta 200÷300°C seguido del sinterizado calentando a una velocidad elevada, (10°C/min) (Najangud *et al*, 1995). Se ha decidido simplificar los procesos y combinar la fase de quemado con el sinterizado; para ello la velocidad de calentamiento ha sido muy lenta con lo que se permite que el ligante se queme completamente a temperaturas dentro del rango empleado en los procesos de quemado convencionales.

Con estas consideraciones se han seleccionado los parámetros del ciclo empleados:

- Velocidad de calentamiento: 1°C/min
- Velocidad de enfriamiento: 5°C/min
- Temperatura máxima: 1650°C
- Tiempo de permanencia: 2 h

Al igual que en el ciclo de conformado se ha decidido emplear el mismo ciclo para todos los materiales desarrollados a lo largo de esta tesis.

## 3.4 DESCRIPCIÓN DEL UTILLAJE

#### 3.4.1 INTRODUCCIÓN

Se han empleado dos tipos de útiles de compactación, de acción simple y de matriz flotante. Las dimensiones de los mismos y su geometría se han fijado en función del tamaño y la forma de las probetas necesarias para realizar los ensayos de caracterización, figura 3.9.



Figura 3.9. Diferentes geometrías de probetas necesarias para la realización de los ensayos de caracterización. Probeta de flexión (Izquierda), probeta para ensayos de compresión (centro), y probeta universal(derecha).

El primer útil fabricado fue uno de acción simple con geometría cilíndrica con el que se pretendía fabricar probetas de 50 mm de diámetro. Debido a que tras el sinterizado las probetas se contraen fue necesario diseñar el útil de compactación de un diámetro mayor. Se consultó la bibliografía para seleccionar el tamaño en función de la contracción esperada, eligiendo un diámetro de 60 mm. Tras la fabricación de un gran número de probetas de alúmina monolítica para desarrollar el proceso de fabricación se dispuso de información detallada sobre la contracción, (tabla 3.8), que resultó ser de aproximadamente del 17%. El resto de los útiles se diseñaron en función de estos datos para conseguir probetas del tamaño deseado en cada caso. El material compuesto alúmina-circona posee diferente densidad y no presenta el mismo comportamiento que la alúmina monolítica por lo que las probetas fabricadas con él son ligeramente diferentes. Para el material Z2 las probetas son un 2% menores en direcciones perpendiculares a la carga y un 10% menores en dirección de aplicación de la carga para probeta con la misma masa.

Util de acción simple de $arnothing$ 60 mm		
Estado Densidad		
Polvo sin compactar	≈33	
Densidad en verde	58	
Densidad final	97	

## TABLA 3.8 Densidades de la alúmina monolítica

## 3.4.2 ÚTILES DE ACCIÓN SIMPLE.

Los dos útiles se componen básicamente de los mismos elementos: cilindro de compresión móvil, cilindro de compresión fijo, matriz, placa base y cilindro de extracción. A continuación se describen cada uno de estos componentes para los dos útiles, así como el protocolo de fabricación desarrollado.

En la figura 3.10 se muestra un despiece completo del útil de  $\emptyset$ 60 mm y en la figura 3.11 el de  $\emptyset$ 13 mm. En el anexo 2 se encuentran los planos detallados de los componentes de estos útiles.



Figura 3.10. Componentes del útil de compactación de acción simple de 60 mm de diámetro. a) Placa base. b) Cilindro de compresión inferior. c) Cilindro de compresión superior. d) Vástago de aplicación de la carga. e) Matriz. f) Sistema de amarre del vástago a la máquina de ensayos. g) Sistema de extracción.



Figura 3.11. Componentes del útil de compactación de acción simple de 13 mm de diámetro. a) Cilindro de compresión inferior y placa base. b) Matriz. c) Cilindro de compresión superior y vástago de aplicación de la carga. d) Sistema de extracción.

## Matriz

La matriz consiste en un cilindro fabricado en acero de alta resistencia, con un diámetro interior ajustado a los discos cerámicos que se quieren fabricar, (60 y 13 mm). En el primer caso para conseguir probetas de 50 mm tras el sinterizado, y en el segundo de 10 mm de diámetro. La altura se ha elegido de forma que se puedan fabricar probetas de diferentes espesores con el mismo utillaje. Ambas matrices se han sometido a un tratamiento de temple para aumentar su dureza.

En el útil de 60 mm de diámetro por su gran tamaño los gradientes de tensiones debidos al rozamiento de la probeta con las paredes del molde son más acusados, por lo que aparecen problemas de fractura en las probetas fabricadas

Buscando la mayor simplicidad posible y el menor costo inicialmente el interior de la matriz no tenía ningún tratamiento especial, ya que el acabado era el conseguido del torno. Las probetas compactadas con este primer prototipo del útil no presentaron ninguna deslaminación ni grieta, pero tras el proceso de sinterizado se generaba una red de grietas como la de la figura 3.12.



Figura 3.12. Grietas de sinterizado.

Las grietas aparecieron como consecuencia de las tensiones de rozamiento pastillapared originadas durante la extracción de la misma. Para erradicar este problema se emplearon dos soluciones:

- Se realizó un rectificado y un lapeado al interior de la matriz para reducir el rozamiento.
- Se añadió un lubricante a las paredes del molde. Como lubricante se suelen usar sales del ácido esteárico (Reed, 1995). Se empleó una solución de estearato de cinc en metanol. Este lubricante se aplica como una pintura sobre la superficie de la matriz, eliminándose con metanol al finalizar el proceso de fabricación. Esta limpieza sirve para eliminar cualquier partícula cerámica que haya quedado atrapada en la superficie, evitándose que, dada la elevada dureza de las mismas, puedan desgastar la matriz.

Tras estas dos acciones se eliminaron los problemas de formación de grietas tras el sinterizado. En el otro útil de acción simple, dado su pequeño diámetro interior, las fuerzas de rozamiento son menores y el acabado superficial únicamente es rectificado. En este caso también se emplea el mismo lubricante para reducir el rozamiento.

#### Cilindros de compresión y placa base

Los cilindros de compresión están fabricados en el mismo material de la matriz y han sufrido idéntico tratamiento térmico. Existe un cilindro de compresión inferior que es fijo, y uno superior unido mediante un vástago a la máquina de ensayos, que es el que se desplaza aplicando la carga. En ambos casos el ajuste cilindro-matriz se ha seleccionado para permitir escapar al aire atrapado en el interior del polvo pero no el propio polvo; de ocurrir esto el acabado superficial de los cilindros y de la propia matriz se deterioraría.

En el útil pequeño, figura 3.11.c, el cilindro inferior forma una unidad con la placa base. En el útil mayor, la placa base y el cilindro inferior son dos partes independientes. La placa base es un cilindro macizo del mismo diámetro que la matriz y tiene por misión confinar los cilindros de compresión y el polvo durante el proceso de compactación.

También existen diferencias entre los útiles en la configuración del cilindro superior. En el útil mayor, éste tiene un espesor de 25 mm y está unido a un vástago de menor diámetro que sirve para transmitir la carga desde la máquina al cilindro. El diámetro del mismo es menor que el del cilindro para reducir la superficie en contacto con la matriz, con lo que las fuerzas de rozamiento son menores. El vástago está unido a la máquina de ensayos por medio de un sistema de amarre, figura 3.10.f. En el útil pequeño, vástago y cilindro de compresión son una única pieza, figura 3.11.c. En este caso no existe sistema de amarre a la máquina de ensayos, ya que la carga se aplica directamente sobre el vástago, a través de los platos de compresión de la máquina.

#### Sistema de extracción

En ambos útiles el sistema de extracción es un anillo cilíndrico que encaja en la matriz. El del útil mayor está fabricado en aluminio y, en el otro, de acero del mismo tipo que el resto de útil.

En el útil de mayor tamaño se ha practicado una ventana en el anillo que permite conocer cuando la probeta ha salido del interior de la matriz. En el útil de menor tamaño el vástago se ha diseñado con una longitud tal que, cuando se introduce totalmente en la matriz, origina la extracción de la probeta, lo que hace innecesario practicar ninguna ventana. El vástago dispone de un engrosamiento que sirve de tope para indicar que la probeta ha sido extraída de la matriz.

#### Protocolo de fabricación

Aunque los protocolos de fabricación desarrollados son muy parecidos en ambos útiles, debido a las diferencias en los cilindros de compresión y sistemas de extracción, existen algunas especificidades dignas de mención, especialmente durante la extracción de la probeta.

En la figura 3.13 se muestra el esquema del proceso completo correspondiente al útil de mayor diámetro. Inicialmente se procede al llenado del molde, figura 3.13.a. Antes de introducir la mezcla cerámica en el mismo se aplica el lubricante a las paredes de los cilindros y la matriz. El material se añade mediante un embudo para evitar que se adhiera a las paredes. Una vez el polvo en el interior del molde se coloca el cilindro de compresión

superior. Ambas operaciones se realizan con el útil fuera de la máquina de compresión. La posición del cilindro de compresión superior representada en la figura 3.13.b sólo es aproximada, ya que debido a su propio peso, se introduce lentamente en la matriz. El útil completo se coloca en una máquina universal de ensayos, figuras 3.13.c y 3.13d. Se sujeta a la misma por medio de una abrazadera que se puede asegurar mediante un tornillo. Durante el proceso de compresión esta abrazadera no está sujeta al útil. Al programar el ciclo completo de carga-descarga se incluye la orden de elevar el cabezal de la máquina de ensayos a la posición máxima al finalizarlo.



Figura 3.13. Esquema del procedimiento de compactación en el útil de acción simple de  $\emptyset$ 60 mm.

Al estar la abrazadera libre no extrae el cilindro de compresión superior, figura 3.13.d. El útil se extrae de la máquina de ensayos para colocar el sistema de extracción. Para realizar la extracción de la patilla se coloca de nuevo el útil en la máquina *sin placa base* sobre el útil de extracción. Debajo del útil se coloca una almohadilla para amortiguar la caída de la pastilla, figura 3.13.e. Ahora la abrazadera se amarra al cilindro superior. Al aplicar carga se extrae el cilindro inferior que cae por su propio peso sobre la almohadilla, figura 3.13.f Continuando la aplicación de la carga se extrae la pastilla compactada, figura 3.13.g. Si la abrazadera no estuviera amarrada al cilindro de compresión superior éste caería sobre la pastilla rompiéndola. Por último se eleva el pistón de la máquina que, en su movimiento arrastra el cilindro de compresión extrayéndolo por la parte superior del útil, figura 3.13.h.

El procedimiento de fabricación sobre el útil pequeño es muy parecido al anterior, figura 3.14. Para el llenado del molde y la colocación del cilindro de compresión se procede de la misma forma, figuras 3.14.a y b. En este caso, el útil se monta directamente sobre la máquina de ensayos sin emplear ningún tipo de abrazadera, figura 3.14.c. Una vez finalizada la fase de compresión se extrae el útil de la máquina de ensayos y se elimina manualmente el cilindro inferior, figura 3.14.d. Esto es posible en este caso al estar acoplado a la placa base. En el útil mayor no se ha empleado el mismo diseño porque su mayor tamaño impediría la correcta manipulación. Para la extracción de la pastilla se monta el útil sobre el sistema de extracción y se coloca de nuevo en la máquina de ensayos, aplicándose de nuevo carga, figura 3.14.e. En este caso el cilindro de compresión superior dispone de una placa añadida de forma que, cuando dicha placa toca a la matriz, el cilindro a penetrado la totalidad de la matriz expulsando la probeta, figura 3.14.f.



Figura 3.14. Esquema del procedimiento de compactación en el útil de acción simple de  $\emptyset$ 13 mm.

## 3.4.3 ÚTIL DE MATRIZ FLOTANTE

Este útil se desarrolló posteriormente a los otros dos como consecuencia de los resultados obtenidos tras realizar una primera serie de ensayos de caracterización mecánica. De estos ensayos, tal como se indicará en el capítulo 4, surgió la necesidad de fabricar directamente probetas prismáticas. El diseño de este útil recoge toda la experiencia conseguida con el diseño y el uso de los otros dos. Inicialmente se diseñaron dos tipos: Un útil de acción simple semejante a los anteriores, pero con una matriz prismática, y un útil de matriz flotante. La complejidad de ambos útiles resultó ser semejante por lo que se decidió la construcción de éste último ya que con él se consiguen fabricar materiales de
mayor densidad. El útil consta, figura 3.15, de una matriz móvil, un macho fijo, una placa base, una placa de retención, y unas guías con muelles.



Figura 3.15. Despiece del útil de matriz flotante. a) placa base. b) punzón. c) columnas guías y muelles. d) Matriz flotante. e) placa de retención.

# Matriz.

La matriz es un bloque prismático de acero de alta resistencia con un orificio de forma prismática de bordes redondeados. Se ha mecanizado con esta forma para evitar fenómenos de concentración de tensiones en los extremos.

El tamaño del interior de la matriz se ha fijado de forma que las probetas una vez sinterizadas tengan la geometría necesaria para los ensayos de flexión, 10x10x55 mm. En este caso los datos sobre la contracción del material se han tomado de la experiencia adquirida con los útiles de acción simple. Debido a que la contracción de la alúmina monolítica es diferente a la del material alúmina-circona, las probetas de este último material no resultan exactamente iguales. Dado que la geometría no es muy diferente se estima que no existe una gran influencia de ésta sobre las propiedades mecánicas.

La matriz tiene un rebaje donde se aloja la placa de retención que se coloca para realizar la compactación. Este rebaje tiene una altura diseñada para permitir la extracción de la probeta. En la matriz también existen cuatro taladros para permitir el paso de las columnas guías. La fabricación de este elemento se ha realizado mediante electroerosión. La superficie interior de la matriz no ha sufrido ningún tratamiento especial dada la dificultad para efectuarlo por medios convencionales. Debido a que el tamaño de las probetas fabricadas es relativamente pequeño, no han aparecido problemas de grietas tras el sinterizado

### Macho

Este elemento está fijado a la placa base de forma rígida, pero es una pieza independiente de la misma para permitir su sustitución una vez desgastado sin necesidad de cambiar todo el conjunto. Está fabricado del mismo material que la matriz.

#### Placa base.

Se ha construido del mismo tamaño de la matriz para conseguir un utillaje equilibrado. Sobre ella se fija rígidamente el macho y las columnas guías.

#### Columnas guías y muelles.

La misión de las columnas es guiar el desplazamiento de la matriz y permitir que el macho entre en la matriz. Sobre las columnas se han colocado unos muelles para permitir la extracción de la pastilla una vez fabricada.

#### Placa de retención.

La misión de esta placa es simplemente mantener el polvo en el interior de la matriz durante el ciclo de compactación. Esta placa es retirada durante la fase de extracción.

# Protocolo de fabricación

El procedimiento de fabricación mediante este útil se encuentra recogido en la figura 3.16. Como en el resto de los procesos inicialmente se coloca el material en forma de polvo en el interior de la matriz. En este caso se introduce material hasta llenar completamente el molde, figura 3.16.a.



Figura 3.16. Esquema del procedimiento de compactación en el útil de matriz flotante.

Una vez llenado la matriz se coloca la placa de retención, figura 3.16.b. Tras ello se monta el útil completo entre los platos de compresión de una máquina universal de ensayos<sup>1</sup>, figura 3.16.c. Mediante la máquina de ensayos se aplica la carga haciendo descender a la matriz. Este movimiento introduce el macho en la misma comprimiendo el polvo, figura 3.16.d. Una vez finalizada la compresión el útil se extrae de la máquina y se elimina la placa. Se vuelve a montar y se le aplica una pequeña carga. La matriz vuelve a descender, figura 3.16.e. El macho empuja a la pastilla y al no estar colocada la placa de contención extrae la pastilla, figura 3.16.f.

# 3.5 DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DEL MATERIAL

### 3.5.1 INTRODUCCIÓN

La medida de la densidad de los materiales fabricados permite establecer una relación entre la porosidad de un material y sus propiedades mecánicas (Arato, 1996). De este modo, por ejemplo, se puede establecer un criterio de rechazo de una probeta basándose en la densidad de las mismas; o bien explicar la baja resistencia mecánica encontrada en un ensayo determinado.

Para el cálculo de la densidad existen dos procedimientos, uno geométrico y el otro basado en el principio de Arquímedes. El primero consiste en determinar el volumen del material geométricamente y medir su masa mediante una balanza de precisión. Este método tiene el inconveniente de requerir una geometría de la probeta muy ajustada a una geometría simple para evitar introducir errores en la determinación del volumen. Este efecto es especialmente importante cuanto menor es la probeta. El método de Arquímedes se basa en comparar las medidas de peso del material al aire y sumergido en un líquido. Para que esta medida de densidad sea comparable con la obtenida con el método anterior es necesario proceder a sellar con una resina la porosidad abierta, lo que exige descontar de los cálculos el peso de dicha resina.

Dado las diferentes densidades de la circona y la alúmina, y por tanto de los tres materiales compuestos desarrollados resulta más conveniente, para comparar grados de densificación, trabajar con densidades relativas referidas a los valores teóricos de cada material

Para la determinación de cuál sería la densidad teórica de cada material compuesto se ha empleado la regla de las mezclas. La densidad es función de la densidad y del porcentaje en volumen de cada uno de los componentes, ecuación (3.1).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Máquina electromecánica Servosis de 100 kN.

$$\rho_{comp} = X_{v_{ZrO_2}} \rho_{ZrO_2} + X_{v_{Al_2O_3}} \rho_{Al_2rO_3}$$
(3.1)

Donde:

 $\rho_{comp}$  = Densidad del material compuesto  $\rho_{Al2O3}$  = Densidad teórica de la alúmina<sup>1</sup> = 3940 kg/m<sup>3</sup>  $\rho_{ZrO2}$  = Densidad teórica de la circona<sup>1</sup> = 6050 kg/m<sup>3</sup> Xv  $_{ZrO2}$  = Porcentaje en volumen de circona Xv  $_{Al2O3}$  = Porcentaje en volumen de alúmina

#### 3.5.2 DENSIDADES OBTENIDAS

Con objeto de comparar los dos métodos de calcular la densidad presentados en el apartado anterior, se fabricaron una serie de 11 probetas de alúmina monolítica. Como se observa en la tabla (3.9) las diferencias entre un método y el otro son de un 0,9%, a pesar de que se midió la densidad en probetas cilíndricas de tan sólo 10 mm de diámetro. Por ello se ha decidido emplear el método geométrico por su mayor simplicidad y rapidez en la medida de la densidad de todas las probetas fabricadas en la presente tesis doctoral.

Alúmina	Alúmina monolítica. Placas de 10 mm de diámetro				
	Densidad	geométrica	Densidad Arquímede		
Probeta	Densidad	Densidad %	Densidad	Densidad	
	( kg/m³ )		( kg/m <sup>3</sup> )	%	
ALU0206	3869	98,20	3854	97,56	
ALU0208	3812	96,77	3784	95,79	
ALU0209	3840	97,51	3812	96,50	
ALU0210	3821	96,97	3807	96,37	
ALU0211	3931	99,77	3845	97,34	
ALU0212	3792	96,25	3843	97,29	
ALU0214	3922	99,53	3807	96,37	
ALU0215	3848	97,53	3863	97,79	
ALU0216	3939	99,97	3882	98,27	
ALU0217	3906	99,13	3829	96,93	
ALU0219	3920	99,50	3870	97,99	
MEDIA	3873	98,29	3836	97,36	

TABLA 3.9 Densidades obtenidas nina monolítica. Placas de 10 mm de diám

<sup>1</sup> Datos proporcionados por los fabricantes

70

Con el método geométrico se han estimado la densidad de las dos geometrías fabricadas y los tres materiales. Los resultados se muestran en la tabla (3.10) a (3.13).

Probeta	Diámetro	Espesor	Densidad	Densidad relativa
	( mm )	( mm )	( kg/m <sup>3</sup> )	%
Material Z0	12,95±0,03	4,99±0,02	2265±18	57,50±0,45
Material Z1	12,95±0,00	4,81±0,05	2338±14	56,24±0,34
Material Z2	12,95±0,02	4,57±0,04	2468±9,78	56,05±0,22

TABLA 3.10 Densidades de las probetas de compresión en, (en verde)

TABLA 3.11 Densidades de las probetas de compresión, (sinterizada)

Probeta	Diámetro	Espesor	Densidad	Densidad relativa
	( mm )	( mm )	$( kg/m^3 )$	%
Material Z0	10,73±0,00	4,15±0,02	3875±17	98,35±0,44
Material Z1	10,63±0,05	3,94±0,04	4078±52	98,10±1,24
Material Z2	10,59±0,01	3,75±0,03	4323±23	98,26±0,53

TABLA 3.12 Densidades de las probetas de flexión, (en verde)

Material	Espesor	Anchura	Longitud	Densidad	Densidad relativa
	( mm )	( mm )	( mm )	(kg/m <sup>3</sup> )	(%)
ZO	10,81±0,19	12,27±0,16	67,57±0,44	2308±32	58,57±0,80
<b>Z</b> 1	10,42±0,18	12,33±0,05	67,89±0,06	2335±33	56,17±0,80
Z2	10,10±0,13	12,38±0,05	67,60±0,43	2421±32	55,03±0,73

Material	Espesor	Anchura	Longitud	Densidad	Densidad relativa
	( mm )	( mm )	( mm )	$(kg/m^3)$	(%)
ZO	9,02±0,09	10,33±0,06	56,58±0,15	3793±33	96,26±0,82
Z1	8,60±0,14	10,12±0,06	55,69±0,15	4052±46	97,47±1,11
Z2	8,12±0,73	10,09±0,05	55,19±0,22	4260±59	96,81±1,34

Como se puede observar de las anteriores tablas se alcanza una mejor densificación, aproximadamente un 2%, empleando probetas cilíndricas que si se emplean probetas prismáticas. El añadido de una segunda fase en forma de partículas no inhibe significativamente la densificación del material.

En el estado en verde la presencia del refuerzo origina una ligera disminución de la densidad, figuras 3.17 y 3.19. En el caso del material Z2 ésta es del 1,5% para las probetas cilíndricas y del 3,5% para las prismáticas. Tras el sinterizado la densidad no se ve afectada por la presencia del refuerzo de manera significativa, (figuras 3.18 y 3.20).

La dispersión de valores de densidad es reducida, en el estado en verde es inferior al 1%. Las probetas cilíndricas poseen una menor desviación típica, 0,2-0,5%, que las prismáticas, 0,7±0,8%. La mayor dispersión de estas probetas se debe a la existencia de pequeños defectos de borde en la geometría originados durante la manipulación.

En el estado tras el sinterizado la dispersión es más elevada,  $0,4\pm1,3$ . De nuevo es mayor,  $0,8\pm1,3$ , en las probetas prismáticas que en las cilíndricas,  $0,4\pm1,2$ . No existe una relación clara entre el incremento entre el porcentaje de circona y la dispersión.

En las anteriores tablas también se han incluido los datos de la geometría de las probetas. Se ha conseguido unas dimensiones cercanas a las inicialmente buscadas, por ello no ha sido necesario realizar un mecanizado sobre las probetas

Al incrementar el porcentaje de circona se produce un mayor alejamiento de las dimensiones esperadas debido a que los útiles se han optimizado para el material Z0.

72 .



Figura 3.17. Variación de la densidad con el porcentaje en peso de circona. Probetas cilindricas de 13 mm de diámetro. (Probetas en verde)



Figura 3.18. Variación de la densidad con el porcentaje en peso de circona. Probetas cilindricas de 11 mm de diámetro. (Probetas sinterizadas)



Figura 3.19. Variación de la densidad con el porcentaje en peso de circona. Probetas prismáticas. (Probetas en verde)



Figura 3.20. Variación de la densidad con el porcentaje en peso de circona. Probetas prismáticas. (Probetas sinterizadas)

# 3.6 MODELIZACIÓN DEL PROCESO DE COMPACTACIÓN

#### 3.6.1 INTRODUCCIÓN

Para conocer el comportamiento del material durante el proceso de compactación se establece una relación entre la densidad alcanzada tras la compactación, llamada densidad en verde, y la presión a la que se realizó la misma. En general la densidad se expresa como un porcentaje del valor teórico. Se pueden construir curvas de compactación en las que se representa la densidad, o la porosidad, frente a la presión de compactación.

Los diversos factores que influyen en el proceso de compresión (aditivos, acabado superficial del molde, tamaño de los gránulos, etc.) se puede analizar observando como se modifican las curvas de compactación al variar uno de estos parámetros.

# 3.6.2 CURVAS DE COMPACTACIÓN

Para la construcción de las curvas densidad-presión se pueden seguir dos vías: construcción punto a punto y construcción continua.

En la primera vía (Lukasiewicz *et al*, 1978), empleando un molde adecuado, se fabrican diversas probetas a diferentes presiones y, tras extraerlas del molde, se mide su densidad. Esto permite construir una curva densidad-presión punto a punto. Para analizar adecuadamente el comportamiento del material se requiere fabricar un gran número de probetas, al menos una por punto representado en la curva. Con este procedimiento se pueden introducir errores debido a diferencias en los parámetros del proceso de compactación, especialmente en lo referente a la densidad del polvo de partida.

La otra vía (Messing *et al*, 1982) implica un registro continuo de la densidad que posee la probeta en cada instante del proceso de compactación. Para ello es necesario emplear un equipo que permita registrar la curva carga-desplazamiento. A partir del desplazamiento, y conociendo la altura inicial del material en el molde, se puede estimar la altura en todo instante y, por tanto, la densidad. Este método tiene la ventaja de que, a

priori, no se necesita fabricar nada más que una única probeta para obtener completamente la curva densidad-presión. Sin embargo es necesario eliminar el efecto de la flexibilidad del sistema de ensayo para realizar la compactación (Matsumoto, 1986), de lo contrario se encuentran resultados incongruentes (Youshaw, 1982). La flexibilidad se puede considerar dividida en: flexibilidad de la estructura de la máquina, del utillaje de compactación, de la propia probeta compactada, y de la célula de carga. Las dos primeras son despreciables; la flexibilidad de la probeta corresponde a su recuperación elástica tras extraerla del molde, y según algunos autores (Matsumoto, 1986), también es despreciable. La única componente que hay que tener en cuenta es la de la célula de carga que se puede asimilar a un muelle elástico. El método más empleado para eliminar dicho efecto se basa en realizar una calibración en vacío del equipo (Kalidindi *et al*, 1997).

## 3.6.3 MODELOS DE COMPACTACIÓN

Las curvas densidad-presión han sido analizadas por diversos autores tratando de comprender los mecanismos del proceso de compactación, proponiendo modelos que sirvan para ajustar la curva a una expresión matemática. En estos modelos se relaciona la densidad relativa, la porosidad o el volumen del material con la presión aplicada.

Los modelos más simples ajustan una expresión potencial o exponencial a la densidad o la porosidad (Cooper, 1962):

$$\Phi = \Phi_o \cdot e^{-\frac{p}{g}} \tag{3.2}$$

$$\rho = \rho_o + h \cdot P^{1/2} \tag{3.3}$$

$$\rho = \rho_a + k \cdot P^{1/3} \tag{3.4}$$

Donde  $\rho$  y  $\phi$  representan la densidad y la porosidad, respectivamente, en verde que se alcanzan para una compactación a una presión *P*;  $\rho_o$  y  $\phi_o$  la densidad y porosidad del polvo sin aglomerar; *g*, *h* y *k* son constantes que se obtienen experimentalmente, y que dependen del material, de la geometría de las partículas y del método de ensayo empleado. Estas expresiones solamente se ajustan al comportamiento real del material si existe un único mecanismo de compactación. El método de ajuste más empleado es el que propone una relación de tipo logarítmico entre la densidad y la presión (Lukasiewicz, 1978).

$$\rho = \rho_o + m \cdot \ln\left(\frac{P}{P_y}\right) \tag{3.5}$$

 $P_{y}$  y *m* son constantes que se ajustan experimentalmente.

Si se representa la curva de compactación con la presión en escala logarítmica se pueden distinguir varias zonas dependiendo del tipo de material de partida, cada una de las cuales se puede ajustar con la ecuación (3.5) con unos valores diferentes de los parámetros (Matsumoto, 1986).



Figura 3.21. Curva de compactación. Modelo de compactación logarítmico.

En el caso de polvos sin aglomerar existe un ajuste para presiones bajas (Lukasiewicz, 1978). En esta zona la densidad aumenta rápidamente con la presión hasta un valor determinado, presión  $P_A$  de la curva de la figura 3.21. En ese punto termina la fase de deslizamiento y reordenación de las partículas individuales, quedando los huecos entre ellas rellenos. A partir de este punto el aumento de densidad se consigue mediante fragmentación de las partículas.

En el caso de polvos aglomerados, inicialmente existe una zona en la que la densidad aumenta muy lentamente, comenzando a aumentar rápidamente a partir del instante en el que se inicia la deformación de los gránulos, punto B de la figura 3.21,

disminuyendo la porosidad intergranular. La presión correspondiente se suele denominar presión de rotura o de plastificación. Para obtener esta presión es necesario disponer de una precisa medida de la fuerza aplicada, ya que su valor suele ser inferior a 1 MPa para polvos aglomerados con ligantes orgánicos (Messing et al, 1982). Depende de factores como el tamaño de grano, el contenido en ligante y la cantidad de humedad que contiene el polvo (Frey et al, 1984). Esta presión es menor para gránulos gruesos que para gránulos finos. Aumenta aproximadamente de forma lineal con el contenido de ligante. Existe un segundo punto singular que corresponde a la presión, denominada de unión, en la que la porosidad intergranular desaparece. En ese instante la densidad del material corresponde a la de los gránulos (punto C1 de la curva de la figura 3.21). Si estos son resistentes, y no se disgregan en las partículas que lo forman, la densidad que se puede alcanzar es menor que la de los polvos sin aglomerar. Si los gránulos pueden romperse, la densidad aumenta hasta alcanzar una densidad equivalente a la del polvo sin aglomerar, (punto C2 de la curva). El material continúa compactándose hasta que los gránulos pierden su identidad. A partir de ese punto el comportamiento es como el del polvo sin compactar. Es por encima de este punto donde existen las mayores diferencias entre las dos formas de generar la curva de compactación.

# 3.6.4 CONSTRUCCIÓN DE CURVAS DE COMPACTACIÓN

Se han construido curvas de compactación siguiendo las dos vías indicadas en el apartado anterior para los materiales Z0 y Z2.

#### Construcción punto a punto

Para su construcción se han fabricado probetas cilíndricas a 8 presiones diferentes, entre 7 y 125 MPa para el material Z0 y entre 10 y 126 MPa para el Z2. En ambos casos se ha empleado el útil de compactación de acción simple de 13 mm de diámetro. El tiempo de permanencia a alta presión ha sido de 120 s y la velocidad de carga de 200 N/s. La densidad se ha calculado a partir de la medida de las dimensiones de la probeta y de su peso (Messing *et al*, 1982).

Debido a que se ha encontrado que existen variaciones en la densidad de las probetas fabricadas en las mismas condiciones, se han fabricado un total de 10 probetas para cada presión, lo que permite establecer un valor medio. El procedimiento empleado hace que el número de probetas necesario para construir una curva densidad-presión con una adecuada precisión sea muy elevado. En el caso de las curvas representadas en las figuras 3.22 a 3.27 ha sido necesario la fabricación de un total de 80 probetas de cada uno de los materiales

Sobre las curvas anteriores se han ajustado los modelos empíricos descritos en el apartado anterior. A partir de éstos se proponen dos nuevos modelos, dos de tipo potencial (modelo 5 y 6) y otro exponencial (modelo 7). En las figuras 3.22 a 3.28 y en las tablas (3.15) y (3.16)se muestran los resultados de los ajustes.

Tipo de método	Ecuación	Código
Potencial	$\rho = \rho_o + \left(\frac{P}{P_1}\right)^{1/2}$	Ajuste 1
Potencial	$\rho = \rho_o + \left(\frac{P}{P_1}\right)^{1/3}$	Ajuste 2
Exponencial	$\phi = \phi_o \cdot e^{-\frac{P}{P_y}}$	Ajuste 3
Logarítmico	$\rho = \rho_o + m \cdot \log\left(\frac{P}{P_y}\right)$	Ajuste 4
Potencial	$\rho = \rho_o + \left(\frac{P}{P_1}\right)^n$	Ajuste 5
Potencial	$\rho = m \cdot P''$	Ajuste 6
Exponencial	$\phi = m \cdot e^{-P^n}$	Ajuste 7

**TABLA 3.14 Métodos analizados** 



Figura 3.22. Curvas de ajuste del modelo 1.



Figura 3.23. Curvas de ajuste del modelo 2.



Figura 3.24. Curvas de ajuste del modelo3.



Figura 3.25. Curvas de ajuste del modelo 4.





Figura 3.26. Curvas de ajuste del modelo 5.



Figura 3.27. Curvas de ajuste del modelo 6.



Figura 3.28. Curvas de ajuste del modelo 7.

Ajuste	Ecuación	Coeficiente de correlación
1	$\rho = 49,07 + \left(\frac{P}{1,1364}\right)^{\frac{1}{2}}$	0,9615
2	$\rho = 46,25 + \left(\frac{P}{0,0552}\right)^{\frac{1}{3}}$	0,9738
3	$\phi = 48,28 \cdot \exp\left(-\frac{P}{668,35}\right)$	0,9214
4	$\rho = 29,72 + 6.59 \cdot \ln\left(\frac{P}{0,0046}\right)$	0,9903
5	$\rho = 35,41 + 11,71 \cdot P^{0,1459}$	0,9848
6	$\rho = 45,92 \cdot P^{0,0520}$	0,9886
7	$\phi = 149,42 \cdot \exp(-P^{0,0531})$	0,9910

TABLA 3.15	Ajustes	empíricos	material	Z0
------------	---------	-----------	----------	----

Ajuste	Ecuación	Coeficiente de correlación
1	$\rho = 44,15 + \left(\frac{P}{0.8645}\right)^{\frac{1}{2}}$	0.9827
2	$\rho = 40,75 + \left(\frac{P}{0,0354}\right)^{\frac{1}{3}}$	0.9900
3	$\phi = 52,69 \cdot \exp\left(-\frac{P}{643,90}\right)$	0.9555
4	$\rho = 23,25 + 7,95 \ln\left(\frac{P}{0,0108}\right)$	0.9968
5	$\rho = 30,63 + 11,18 \cdot P^{0,1677}$	0.9946
6	$\rho = 40,19 \cdot P^{0,0674}$	0.9963
7	$\phi = 166,62 \cdot \exp(-P^{0,0577})$	0.9969

TABLA 3.16 Ajustes empíricos material Z2

Las curvas de compactación de los materiales analizados sólo presentan un tramo, lo que permite ajustarlos fácilmente mediante una única expresión. No aparece el tramo correspondiente a baja presión de la figura 3.21 ya que no se han podido fabricar probetas por debajo de 7 MPa, debido a que el control de la máquina empleada en la fabricación es errático para esas presiones.

El ajuste de los modelos potenciales clásicos no es muy preciso para ninguno de los dos materiales, figuras 3.22 y 3.23 y tablas (3.15) y (3.16). Tal como se puede observar por el coeficiente de correlación, en ambos materiales, el método de ajuste 2 posee una mayor precisión. En los dos métodos se consigue mayor coeficiente de correlación para el material Z2. A bajas presiones de compactación la estimación de la densidad presenta un mayor error, en concreto para presión nula (densidad del polvo sin compactar) la densidad estimada es muy superior a la real.

El ajuste al modelo exponencial, tal como aparece en la bibliografía no resulta válido para los materiales desarrollados. Es menos preciso, tal como se observa en la figura 3.24 y en las tablas (3.15) y (3.16), que cualquiera de los demás métodos analizados.

El modelo logarítmico si resulta válido para aproximar el comportamiento de ambos materiales. En la figura 3.25 se ha representado la presión en escala logarítmica, lo que pone de relieve la precisión alcanzada. Al igual que en el caso de los métodos potenciales la precisión es mayor para el material Z2.

El primer modelo que se propone, (ajuste 5), presenta un mayor coeficiente de correlación que los dos modelos potenciales (modelo 1 y 2) para los dos materiales analizados. Como desventaja este método necesita estimar tres parámetros en lugar de dos como los métodos tradicionales. Para presiones de compactación bajas se consigue una buena aproximación al valor de densidad en verde, tal como se puede observar en la figura 3.26.

Se ha podido encontrar un modelo de tipo potencial (ajuste 6), para los dos materiales analizados, de tan sólo dos parámetros que posee un mayor coeficiente de correlación que el anterior. Sin embargo no resulta adecuado para el ajuste de la zona correspondiente a presiones bajas, para presión nula proporciona una densidad cero.

El método exponencial propuesto (ajuste 7) es el que ajusta con mayor precisión el comportamiento de los dos materiales desarrollados. Resulta más preciso que el logarítmico y presenta una complejidad parecida. Al igual que con el método anterior no es aplicable a bajas presiones de compactación.

## Construcción continua

Para construir la curva de compactación de forma continua es necesario un conocimiento previo de la flexibilidad del utillaje empleado en la compactación. Aunque algunos autores proponen un ajuste lineal de la flexibilidad, existen efectos no lineales que es necesario tener en cuenta (Kalidindi *et al*, 1997). Estos efectos se han puesto de

manifiesto tras registrar la curva desplazamiento-fuerza, figura 3.29, correspondiente a una compactación en vacío empleando uno de los útiles desarrollados en esta Tesis Doctoral. En esta compactación no se ha empleado polvo cerámico por lo que todo el desplazamiento registrado corresponde a la deformación del equipo.

Tal como se puede observar en la figura 3.29 existe un tramo no lineal por debajo de 35 MPa.



Figura 3.29. Curva de calibración en vacío. Útil de compactación de acción simple de  $\emptyset$ 13 mm.

A pesar de eliminar el efecto de flexibilidad el equipo siguieron apareciendo resultados incongruentes a altas presiones. Por ello se ha empleado un extensómetro de tipo LVDT<sup>1</sup> para medir con precisión el desplazamiento existente en el ensayo.

Se han realizado las curvas de compactactión de los materiales Z0, figura 3.30, y Z2, figura 3.31, correspondientes a una compactación a 87 MPa. Sobre dichos diagramas se han sobrepuesto los puntos correspondientes a las curvas punto a punto. En las curvas continuas se ha incluido la variación de densidad durante la rama de descarga.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Extensómetro LVDT Instron de 5 mm de recorrido.



Figura 3.30. Curvas de compactación continua y punto a punto del material Z0.



Figura 3.31. Curvas de compactación continua y punto a punto del material Z2.

Tal como se puede observar en las figuras la densidad medida al finalizar el proceso de carga es superior a la que se obtiene con la curva punto a punto. Sin embargo. si se incluye la rama de descarga la densidad se aproxima mucho al valor de esta última curva. Estas diferencias se deben a la recuperación elástica de la probeta. La densidad de la probeta en este método se estima a partir de la geometría que ésta posee en el interior del molde a la presión máxima; al extraer la probeta del molde su geometría cambia lo que puede originar un error en el cálculo de la densidad.

# 4. COMPORTAMIENTO MECÁNICO EN FLEXIÓN

# RESUMEN

En este capítulo se describen los ensayos de flexión, tanto estática como dinámica, realizados sobre los tres materiales desarrollados: alúmina monolítica, alúmina-15% circona y alúmina-30% circona.

Se ha pretendido, siempre que ha sido posible, seguir las recomendaciones recogidas en las diferentes normas. En el caso de los ensayos dinámicos no existe normativa aplicable a los materiales cerámicos por lo que se propone una sistemática para la realización de estos ensayos.

Se han realizado ensayos de flexión, sobre la alúmina monolítica, a diferentes velocidades de deformación, alcanzables en una máquina universal de ensayos y en péndulo Charpy. El material resultante presenta unas propiedades mecánicas a flexión comparables a los de las alúminas comerciales.

Los ensayos de flexión realizados sobre el material compuesto alúmina-circona muestran un aumento apreciable de la resistencia mecánica, tanto en condiciones estáticas como en dinámicas, respecto a la alúmina monolítica.

# 4.1 ENSAYO ESTÁTICO DE FLEXIÓN

### 4.1.1 **PROCEDIMIENTO DE ENSAYO**

Este ensayo está normalizado para los materiales cerámicos monolíticos y para los CMC's reforzados mediante partículas o whiskers. En particular se ha aplicado la norma ASTM C1161-90. El ensayo se ha realizado en una máquina universal de ensayos<sup>1</sup>. En la figura 4.1 se muestra el montaje utilizado en de dichos ensayos.



Figura 4.1. Montaje del ensayo de flexión estática. a) extensómetro LVDT. b) utillaje de flexión.

De las dos configuraciones que esta norma admite se ha seleccionado la de flexión en tres puntos por disponerse del utillaje necesario para su realización, figura 4.2. Tanto el útil de flexión como la bancada de apoyo han sido diseñados y fabricados en el Área de Ingeniería Estructural de la Universidad Carlos III de Madrid. El útil consta de dos bloques regulables que permiten ajustar la distancia entre apoyos. Estos consisten en dos rodillos que permiten que los apoyos de la probeta sean puntuales. Están fabricados en acero de alta dureza para cumplir los requisitos de la norma. El sistema de aplicación de la carga es un punzón que se acopla a la máquina de ensayos y cuyo extremo dispone de un cilindro análogo a los apoyos para asegurar que la carga se aplica en un punto, figura 4.2.b. Sobre él se monta el extensómetro LVDT que se muestra en la figura 4.1.a, para medir los

92

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Maquina universal Instron de 100 kN de capacidad máxima.

desplazamientos durante el ensayo. Se ha empleado un extensómetro Instron de 2,5 mm de recorrido.



Figura 4.2. Util de flexión en tres puntos con modelo de la probeta de flexión montada. a) Punzón. b) Rodillo de apoyo. c) Sistema de centrado lateral. d) Sistema de centrado longitudinal. e) Probeta.

Para asegurar el centrado de la probeta, tanto longitudinal como transversalmente, se ha diseñado un útil centrador. Longitudinalmente se dispone de los elementos representados en la figura 4.2.c que aseguran que la probeta está colocada perpendicularmente a los rodillos En la otra dirección el centrado se asegura por medio del elemento que aparece en la figura 4.2.d. Ambos centradores se eliminan antes de realizar el ensayo, después de aplicar una pequeña carga que fije la posición de la probeta.

En el ensayo se emplean probetas prismáticas de sección rectangular, figura 4.3, con diferentes dimensiones que vienen recogidas en la norma. El acabado superficial estándar de las mismas obliga a un mecanizado para asegurar el paralelismo de las superficies. En los bordes se realiza un chaflán a 45°. La norma también permite emplear probetas sin preparación, tal como fueron fabricadas.



Figura 4.3. Geometría de la probeta y esquema del ensayo de flexión en tres puntos.

Los resultados que se obtienen del ensayo de flexión son dos: la resistencia a flexión y una estimación del módulo de elasticidad del material.

Para relacionar la carga aplicada con la tensión normal existente en una sección de la viga se emplean las fórmulas de la Resistencia de Materiales para piezas prismáticas. Se supone que el módulo de elasticidad del material es el mismo en compresión como en tracción. Además el material debe tener un comportamiento elástico lineal. Para la configuración en tres puntos y los ejes representados en la figura 4.3 el momento flector que existe en cada sección de la viga se puede expresar como:

$$M_{x}(z) = \begin{cases} -\frac{P}{2} \cdot z \dots z \leq \frac{L}{2} \\ -\frac{P}{2} \cdot (L-z) \dots z \geq \frac{L}{2} \end{cases}$$
(4.1)

donde P es la carga aplicada. La tensión normal a la sección en un punto puede expresarse como:

$$\sigma_{z}(z, y) = \frac{M_{x}(z) \cdot y}{I_{x}}$$
(4.2)

La sección de la probeta es rectangular y su momento de inercia es:

$$I_x = \frac{1}{12} \cdot b \cdot d^3 \tag{4.3}$$

La tensión máxima en la sección se produce en el punto de coordenadas: z = L/2, y = d/2, y su valor es:

$$\sigma_{z} = \frac{3}{2} \cdot \frac{P \cdot L}{b \cdot d^{2}}$$
(4.4)

La estimación del módulo de elasticidad se realiza a partir de la expresión de la flecha en el punto medio de la viga.

$$\delta_{y} = \frac{P \cdot L^{3}}{48 \cdot E \cdot I_{x}} \tag{4.5}$$

En el caso de que la viga no sea esbelta es necesario considerar los efectos del esfuerzo cortante en la flecha. En este caso la flecha viene definida por (Timoshenko, 1982):

$$\delta_{y} = \frac{P \cdot L^{3}}{48 \cdot E \cdot I_{x}} + \frac{\alpha}{A \cdot G} \cdot \frac{P \cdot L}{4}$$
(4.6)

Donde A es el área de la sección de la probeta y  $\alpha$  un coeficiente que depende de la forma de la sección, ya que para una sección rectangular su valor es 1,2. En este caso para poder estimar el módulo de elasticidad es necesario conocer previamente el módulo de cortadura, o el coeficiente de Poisson.

Para obtener una estimación del modulo de elasticidad es necesario, en ambos casos, medir con gran precisión la flecha.

Dada la gran dispersión de resultados que presentan los materiales cerámicos es necesario ensayar un número de probetas elevado. La norma ASTM C1161-90 fija en 10 el número mínimo de ensayos que, sobre el mismo material y en las mismas condiciones, deben realizarse para estimar un valor medio de las propiedades

Para obtener el máximo número de probetas que ensayar se decidió emplear el útil de compactación simple de 60 mm de diámetro. Se obtuvieron probetas cilíndricas de 55 mm de diámetro de las que se mecanizaron probetas normalizadas. Las mayores que se pueden obtener de un disco de ese diámetro son las de 40 mm de distancia entre apoyos. Estas probetas tienen una sección de 4x3 mm y se pueden mecanizar varias de un mismo disco, en algún caso hasta ocho. El mecanizado se realizó mediante una cortadora de diamante. Estas probetas poseen el acabado superficial estándar fijado por la norma que incluye un chaflán a 45°.

La norma exige que la velocidad de deformación alcanzada durante el ensayo sea de  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. La velocidad de desplazamiento de la máquina,  $\overset{\circ}{\delta}$ , se puede determinar combinando las ecuaciones (4.4) y (4.5), lo que conduce a.

$$\hat{\delta} = \frac{L^2 \cdot \varepsilon}{6 \cdot d} \tag{4.7}$$

Aplicando esta expresión a las probetas normalizadas seleccionadas se obtiene una velocidad de desplazamiento de 0,5 mm/min.

Tras realizar estos ensayos sobre la alúmina monolítica se analizó la influencia de la velocidad de deformación en la resistencia mecánica en flexión. A velocidades inferiores a  $75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  se pudo emplear la máquina universal de ensayos y probetas iguales a las utilizadas en condiciones estáticas. Para realizar el ensayo a mayores velocidades se recurrió a un péndulo Charpy. Sin embargo el equipo disponible para ello no admite probetas tan pequeñas; por ello ha sido necesario emplear probetas de mayor tamaño y no normalizadas. Se ha usado este tamaño en todos los ensayos de flexión para permitir comparar los resultados.

Se han seleccionado probetas de 55 mm de longitud y sección cuadrada de 10x10 mm, manteniéndose constante la distancia entre apoyos. La geometría de estas probetas es la misma que la empleada en los ensayos Charpy sobre materiales metálicos, pero sin entalla. Excepto en el tamaño de las probetas se han seguido todas las recomendaciones de la norma. La velocidad de desplazamiento empleada fue de 0,003 mm/s que proporciona una velocidad de deformación igual a la empleada en las probetas normalizadas.

Las probetas seleccionadas no se pueden mecanizar a partir de los discos fabricados mediante el útil de compactación simple. Fue necesario diseñar y construir el útil de matriz flotante descrito en el capítulo anterior. Este hecho obliga a fabricar una probeta por cada ensayo realizado, lo que incrementa considerablemente el tiempo necesario para cada ensayo. Por ello el número de las probetas empleado, en total 15, es inferior al que viene recogido en la norma.

Las probetas de los tres materiales analizados se ha fabricado empleando el mismo útil. Debido a que cada uno de ellos presenta una densidad diferente las dimensiones de las probetas no son exactamente iguales, sin embargo no existe una variación muy elevada, tal como se observa en la tabla 4.1.

Valores medios de 45 probetas				
Material	L	d	b	
	( mm )	( mm )	( mm )	
ZO	56,58±0,15	9,02±0,09	10,33±0,06	
<b>Z1</b>	55,69±0,15	8,60±0,14	10,12±0,06	
Z2	55,19±0,22	8,12±0,73	10,09±0,05	

TABLA 4.1 Geometría de las probetas de flexión estática

En las direcciones perpendiculares a la de aplicación de la carga las probetas de 15% de circona son un 2% menores, y las de 30% de circona un 2,5%. En dirección paralela a la de aplicación de la carga las diferencias son de un 5 y un 11% respectivamente.

#### 4.1.2 RESULTADOS

#### Ensayo de flexión estática sobre probetas normalizadas

Los ensayos de flexión estática sobre probetas normalizadas únicamente se han realizado sobre la alúmina monolítica, las razones para ello ya se han descrito en el apartado anterior. Se han ensayado un total de 10 probetas. La resistencia mecánica, (media  $\pm$  desviación típica), en flexión estática de este material es de 289±41 MPa con un módulo de elasticidad de 272±19 GPa.

#### Ensayos de flexión a diferentes velocidades de deformación

En este apartado únicamente se recogen los resultados correspondientes a los ensayos a velocidades de deformación bajas, en los que se ha podido emplear una máquina de ensayos universales. Estos ensayos se realizaron sobre probetas normalizadas y únicamente sobre la alúmina monolítica. Se han ensayado varias series de probetas normalizadas a cuatro velocidades de deformación diferentes. Cada serie se compone de 10 probetas. En la tabla (4.2) se muestra el valor medio y la desviación típica de la tensión de rotura de cada serie. Para analizar la variación de la resistencia mecánica con la velocidad de ensayo se presenta la figura (4.4).

A partir de la medida del desplazamiento del punto medio de la probeta se ha estimado el módulo de elasticidad del material, tabla (4.3) y figura (4.5).

# TABLA 4.2 Probetas de 3x4x45 mm. Material Z0

Resistencia mecánica a diferentes velocidades de deformación

<b>d</b> δ / dt	dɛ / dt	F <sub>R</sub>	$\sigma_{R}$
( mm/min )	(1/s)	(N)	(MPa)
0,5	0,94.10-4	180±26	289±41
0,9	1,66.10,4	204±15	327±25
20	37,5.10-4	200±28	322±47
40	75.10-4	183±17	292±29

Valores medios de 10 probetas

TABLA 4.3 Módulo de elasticidad para diferentes velocidades de deformación

Probetas de 3x4x45 mm. Material Z0 Valores medios de 10 probetas					
dδ/dt	dɛ / dt	δ <sub>max.</sub>	E		
( mm/min )	(1/s)	( mm )	(GPa)		
0,5	0,94.10-4	0,081±0,034	292±55		
0,9	1,66.10.4	0,110±0,008	259±8		
20	37,5.10-4	0,084±0,023	352±101		
40	75.10-4	0,106±0,009	240±13		



Figura 4.4. Variación de la resistencia mecánica en flexión con la velocidad de aplicación de la carga. Alúmina monolítica. Probetas de 3x4x45 mm.



Figura 4.5. Variación del módulo de elasticidad con la velocidad de aplicación de la carga. Alúmina monolítica. Probetas de 3x4x45 mm.

99

### Ensayos de flexión estática para diferentes porcentaje de circona

Para analizar la influencia del porcentaje de circona sobre la resistencia mecánica se realizaron ensayos con tres porcentajes de circona. Se emplearon probetas no normalizadas de 10x10x55 mm. Sobre cada tipo de material se realizaron tres series de 5 probetas cada una. La resistencia mecánica y la flecha medida en cada material se presentan en las tablas (4.4) y (4.5).

Material	1ª Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA
ZO	200±23	214±21	205±7	205±20
Z1	223±82	259±71	332±96	278±81
Z2	298±33	292±91	327±77	306±64

 TABLA 4.4 Resistencia mecánica en flexión estática, (MPa)

Valores medios de 15 ensayos

#### TABLA 4.5 Flecha máxima, (mm)

#### Valores medios de 15 ensayos

Material	1 <sup>ª</sup> Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA
ZO	0,062±0,007	0,059±0,005	0,059±0,022	0,060±0,007
Z1	0,056±0,017	0,065±0,014	0,071±0,019	0,065±0,014
Z2	0,076±0,007	0,068±0,013	0,073±0,013	0,073±0,011

El módulo de elasticidad para los tres materiales, tabla (4.6), se ha estimado a partir de los resultados de la tabla anterior, empleando la ecuación (4.6). En dicha ecuación es necesario introducir el valor del módulo de elasticidad en cortadura. Se ha calculado suponiendo que el material es isótropo y homogéneo, postulando un valor para el coeficiente de Poisson de 0,22 para todos los materiales. Este resultado se ha determinado para la alúmina monolítica empleando medios ultrasónicos.

Material	1 <sup>ª</sup> Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA
Z0	119±8	135±6	119±45	123±11
Z1	146±8	150±11	180±46	161±19
Z2	157±6	170±20	174±16	166±15

# TABLA 4.6 Módulo de elasticidad, (GPa)

#### Valores medios de 15 ensayos

En el anexo 1 se incluyen los resultados correspondientes a cada una de las probetas ensayadas. En la figura 4.6 se muestra el incremento de resistencia mecánica, y en la 4.7 el del modulo de elasticidad, asociado con el aumento del porcentaje de circona.



Figura 4.6. Variación de la resistencia mecánica en flexión estática con el porcentaje en peso de circona. Probetas prismáticas de 10x10x55 mm ensayadas sin mecanizado.


Figura 4.7. Variación del módulo de elasticidad en flexión estática con el porcentaje en peso de circona. Probetas prismáticas de 10x10x55 mm ensayadas sin mecanizado.

### 4.2 ENSAYO DINÁMICO DE FLEXIÓN

#### 4.2.1 PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

El ensayo de flexión dinámica es análogo al ensayo en flexión estática en tres puntos, cambiando únicamente la velocidad a la que se realiza. Para la aplicación de la fuerza en este caso se recurre a un péndulo Charpy instrumentado, figura 4.8.



Figura 4.8. Péndulo Charpy con dispositivo para lanzamiento desde ángulos pequeños.

No se ha encontrado normativa que recoja este ensayo en su aplicación sobre materiales cerámicos. Se seguirán, en lo posible, las recomendaciones de la norma ASTM E 23-86 referida a ensayos de impacto sobre probetas entalladas de materiales metálicos. Esta norma incluye un apartado referido a materiales metálicos fabricados mediante técnicas pulvimetarúrgicas, donde se recomienda el empleo de probetas sin entallas.

Se empleará la geometría de probetas recomendada en dicha norma. No se emplean probetas iguales a las recogidas en la norma de ensayos estáticos, ASTM C1161-90, ya que sería necesario recurrir a péndulos de baja energía. El tamaño seleccionado coincide con el empleado en los ensayos de flexión estática, de este modo es posible comparar los resultados obtenidos en los dos tipos de ensayos, ya que el tamaño de la probeta afecta al resultado (Quinn, 1991).

Se han empleado probetas sin mecanizar para la realización de estos ensayos, de este modo se simplifica su ejecución. La norma para ensayos estáticos admite esta posibilidad, sin embargo al emplear esta configuración es necesario admitir la presencia de defectos en las probetas lo que puede afectar negativamente a sus propiedades. Las dimensiones de referencia de las probetas en estas condiciones corresponde al estado en verde ya que cada material contrae de forma diferente.

Con un péndulo instrumentado, como el empleado<sup>1</sup>, se puede obtener un registro continuo de carga con el tiempo. Dado que el material es frágil se ha determinado la carga de rotura por medio del valor máximo alcanzado en el mismo y ,a partir de la ecuación (4.4), la resistencia mecánica en flexión dinámica. La medida de la deformación se realiza por medio del desplazamiento del péndulo, para ello es necesario estimar con gran precisión la flexibilidad del equipo. Empleando las mismas ecuaciones que en flexión estática es posible estimar el módulo de elasticidad del material.

En caso de no disponer de un péndulo instrumentado la única información que se puede extraer del ensayo es la energía absorbida en la rotura midiendo la altura alcanzada por el péndulo tras romper la probeta y comparándola con la inicial. Esta energía se puede también medir en un péndulo instrumentado. Dada la gran fragilidad de los materiales cerámicos la energía absorbida durante la rotura es muy pequeña lo que exige unos ángulos de lanzamiento reducidos.

La velocidad de impacto se conoce a partir del ángulo de lanzamiento del péndulo,  $\alpha$ , y de la longitud del brazo del péndulo, R, ecuación (4.8). Conocida la masa del péndulo también se puede determinar la energía de impacto.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Péndulo Charpy CEAST de 300 J de energía de impacto máxima.

$$v = \sqrt{2 \cdot g \cdot R \cdot (1 - \cos \alpha)} \tag{4.8}$$

A partir de la ecuación anterior y de la (4.7) es posible estimar la velocidad de deformación en el instante del impacto.

Debido a la baja energía de los materiales empleados en los ensayos se modificó el péndulo Charpy disponible para permitir el lanzamiento desde ángulos muy pequeños, inferiores a 10°.

La velocidad de impacto de los ensayos fue de 0,47 m/s que corresponde, para el péndulo empleado, a una energía de impacto de 2,2 J.

Ya que no se conoce con la suficiente precisión la flexibilidad de la máquina de ensayos empleada, ni la medida de flecha ni el módulo de elasticidad estimado a partir de ella resultan representativos. Los datos que se presentan en el siguiente apartado no pretenden ser valores absolutos, tan sólo se proporcionan para permitir establecer la variación que se produce en ambas propiedades al añadir una segunda fase.

#### 4.2.2 RESULTADOS

Al igual que en los ensayos de flexión estática se han fabricado tres series de 5 probetas cada una. La variación de la resistencia mecánica en flexión con el porcentaje de circona se presenta en la tabla (4.7) y en la figura 4.9. La energía absorbida en la rotura se recoge en la tabla (4.8) y en la figura 4.9.

1100			
1ª Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA
234±27	213±21	217±35	224±28
302±81	229±42	316±47	295±63
321±63	322±85	438±159	352±109
	1ª Serie           234±27           302±81           321±63	1ª Serie         2ª Serie           234±27         213±21           302±81         229±42           321±63         322±85	1ª Serie         2ª Serie         3ª Serie           234±27         213±21         217±35           302±81         229±42         316±47           321±63         322±85         438±159

TABLA 4.7 Resistencia Mecánica en flexión dinámica, (MPa) Probetas de 10x10x55 mm

Probetas de 10x10x55 mm								
Material	1 <sup>ª</sup> Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA				
Z0	1066±323	1160±142	1037±221	1083±249				
Z1	982±439	1342±448	1993±630	1593±693				
Z2	1957±683	1953±904	3221±1519	2293±1121				

TABLA 4.8 Resiliencia (J/m2)

Los valores de módulo de elasticidad y flecha máxima, tablas (4.9) y (4.10) y figura 4.10, sólo se incluyen para establecer relaciones cualitativas entre los diferentes materiales.

TABLA 4.9 Módulo de elasticidad aparente en flexión dinámica, (GPa)

Material	1 <sup>ª</sup> Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA
Z0	110±32	67± 7	80± 9	90±29
Z1	141±57	73±18	112±38	112±38
Z2	118±30	121±11	129±23	122±21

TABLA 4.10 Flecha aparente máxima, (mm)

Material	1ª Serie	2ª Serie	3ª Serie	MEDIA
ZO	0,083±0,019	0,114±0,018	0,097±0,022	0,095±0,072
Z1	0,088±0,051	0,116±0,008	0,104±0,012	0,102±0,027
Z2	0,106±0,029	0,100±0,019	0,123±0,029	0,108±0,025



Figura 4.9. Variación de la resistencia mecánica en flexión dinámica con el porcentaje en peso de circona. Probetas prismáticas de 10x10x55 mm ensayadas sin mecanizado.



Figura 4.10. Variación del módulo de elasticidad en flexión dinámica con el porcentaje en peso de circona. Probetas prismáticas de 10x10x55 mm ensayadas sin mecanizado.



Figura 4.11. Variación de la energía absorbida con el porcentaje en peso de circona. Probetas de 10x10x55 mm sin mecanizado.

# 5. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE RESULTADOS

#### RESUMEN

Tras la realización de los ensayos de flexión descritos en el capítulo anterior surge la necesidad de analizarlos desde un punto de vista estadístico para caracterizar su dispersión. La distribución estadística que ha demostrado ser la más adecuada para recoger el comportamiento de los materiales cerámicos es la distribución de Weibull de dos parámetros descrita en el capítulo 2. La totalidad de los análisis realizados en este capítulo se ha circunscrito a esta distribución.

Los parámetros y los percentiles de la distribución se pueden estimar por diferentes métodos. En este capítulo se analiza cual de ellos es el más preciso para estimar una variable representativa de los percentiles de una distribución de Weibull de dos parámetros.

Para los estimadores de los parámetros y de los percentiles de la distribución de Weibull es necesario establecer un nivel de confianza que lleva a definir intervalos de confianza, para ello se recurre, en general, al empleo de tablas donde aparecen datos de percentiles. En este capítulo se ha realizado un estudio con objeto de establecer funciones de ajuste para dichos percentiles de los que evita la necesidad de recurrir a tablas para estimar los intervalos de confianza.

También se realizan en este capítulo estudios sobre los admisibles de diseño, desarrollando funciones de ajuste.

Por último se aplica la distribución de Weibull a los resultados obtenidos en los ensayos de flexión, determinando los intervalos de confianza de los parámetros y los admisibles de diseño, empleando las funciones desarrolladas.

## 5.1 ESTIMACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE UNA DISTRIBUCIÓN DE WEIBULL

#### 5.1.1 INTRODUCCIÓN

Existen diversos métodos para calcular los parámetros de la distribución de Weibull de dos parámetros definida en el capítulo 2, ecuación (2.2). Los más usuales son:

- Método de los momentos
- Regresión lineal generalizada
- Método de máxima verosimilitud

Empleando alguno de estos métodos se consigue unas estimaciones de los parámetros, m y  $\sigma_0$ , que se denominan  $\hat{m}$  y  $\hat{\sigma}_e$ .

#### 5.1.2 MÉTODO DE LOS MOMENTOS

Este método consiste en igualar los momentos de primer y segundo orden, media y varianza respectivamente, de los n valores de resistencia obtenidos de los ensayos con los mismos momentos teóricos de la distribución de Weibull.

La función de densidad asociada a la distribución de Weibull de dos parámetros es:

$$f(\sigma) = m \cdot \frac{\sigma^{m-1}}{\sigma_o} \cdot e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m}$$
(5.1)

A partir de ella se calcula la media, ecuación (5.2), y la varianza, ecuación (5.3).

$$\overline{\sigma} = \sigma_o \cdot \Gamma \left( 1 + \frac{1}{m} \right) \tag{5.2}$$

$$S^{2} = \sigma_{o}^{2} \cdot \left\{ \Gamma \left( 1 + \frac{2}{m} \right) - \left[ \Gamma \left( 1 + \frac{1}{m} \right) \right]^{2} \right\}$$
(5.3)

Donde  $\Gamma$  es la función gamma. Igualando la media,  $\overline{\sigma}_{muestra}$ , y la desviación típica,  $S_{muestra}$ , de los ensayos con las expresiones anteriores se obtiene una estimación de los parámetros de la distribución de Weibull, ecuaciones (5.4) y (5.5).

$$\frac{\overline{\sigma}_{muestra}}{S_{muestra}} = \frac{\Gamma\left(1 + \frac{1}{n}\right)}{\left[\Gamma\left(1 + \frac{2}{n}\right) - \Gamma^{2}\left(1 + \frac{1}{n}\right)\right]^{\frac{1}{2}}}$$

$$\hat{\sigma}_{o} = \frac{\overline{\sigma}_{muestra}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{n}\right)}$$
(5.4)
$$(5.5)$$

La ecuación (5.4) no se puede resolver analíticamente; para resolverla se debe emplear un método numérico, por ejemplo el de Newton-Raphson. Una vez estimado el módulo de Weibull el parámetro de escala se obtiene directamente de la ecuación (5.5).

#### 5.1.3 MÉTODO DE REGRESIÓN LINEAL GENERALIZADO

La función de distribución de Weibull se puede reescribir de la siguiente forma:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - F(\sigma)}\right) = m \cdot \ln \sigma - m \cdot \ln \sigma_o$$
(5.6)

La ecuación (5.6) es una recta en las variables  $\ln \sigma$  y  $\ln \ln \left(\frac{1}{1-F(\sigma)}\right)$ , por tanto se puede obtener una estimación de los parámetros aplicando el método de mínimos cuadrados generalizado a los n valores, previamente ordenados de forma creciente, ecuaciones (5.7) y (5.8).

$$\hat{m} = \frac{\left(\sum_{i} W_{i}\right) \cdot \left(\sum_{i} W_{i} \cdot z_{i} \cdot y_{i}\right) - \left(\sum_{i} W_{i} \cdot z_{i}\right) \cdot \left(\sum_{i} W_{i} \cdot y_{i}\right)}{\left(\sum_{i} W_{i}\right) \cdot \left(\sum_{i} W_{i} \cdot z_{i}^{2}\right) - \left(\sum_{i} W_{i} \cdot z_{i}\right)^{2}} \qquad (5.7)$$

$$\hat{\sigma}_{o} = \exp\left(-\frac{a}{\sum_{m}}\right) \qquad (5.8)$$

donde:

$$a = \frac{\left(\sum_{i} W_{i} \cdot y_{i} - \hat{m} \cdot \sum_{i} W_{i} \cdot z_{i}\right)}{\left(\sum_{i} W_{i}\right)}$$
(5.9)

$$z_i = \ln \sigma_i \tag{5.10}$$

$$y_i = \ln\left(\ln\left(\frac{1}{1 - F_i}\right)\right) \tag{5.11}$$

Se pueden emplear diferentes funciones de peso, la más simple  $W_i = 1$  conduce al método de regresión lineal clásico. Se han propuesto varias expresiones para esas funciones de peso, ecuación (5.12) (Bergman, 1986) y (5.13) (Faucher *et al*, 1988).

$$W_{i} = \left[ \left( 1 - F_{i} \right) \cdot \ln(1 - F_{i}) \right]^{2}$$
(5.12)

$$W_i = 3.3 \cdot F_i - 27.5 \cdot \left[1 - \left(1 - F_i\right)^{0.025}\right]$$
(5.13)

Dependiendo de los estimadores de  $F(\sigma_i)$  que se empleen es posible generar una familia de métodos de regresión lineal generalizada (Langlois, 1991; Khalili *et al*, 1991).

$$F_i = \frac{i - 0.5}{n}$$
(5.14.a)

$$F_i = \frac{i - 0.3}{n + 0.4} \tag{5.14.b}$$

$$F_i = \frac{i}{n+1} \tag{5.14.c}$$

#### 5.1.4 MÉTODO DE MÁXIMA VEROSIMILITUD

A partir de la función de densidad asociada a la distribución de Weibull, ecuación (5.1), se define la llamada función de verosimilitud de los n valores de tensión obtenidos de los ensayos, ecuación (5.15).

$$L(m,\sigma_o) = \prod_{i}^{n} m \cdot \frac{\sigma^{m-1}}{\sigma_o} \cdot e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m}$$
(5.15)

Se obtiene una estimación de los parámetros de la distribución de Weibull maximizando la ecuación anterior. El módulo de Weibull se obtiene resolviendo la ecuación:

$$\sum_{i} \ln \sigma_{i} - n \frac{\sum_{i} \ln \sigma_{i} \cdot (\sigma_{i})^{m}}{\sum_{i} (\sigma_{i})^{m}} + \frac{n}{\hat{m}} = 0$$
(5.16)

Y el parámetro de escala a partir de:

$$\hat{\sigma}_{o} = \left(\frac{\sum_{i} (\sigma_{i})^{\hat{m}}}{n}\right)^{\frac{1}{\hat{m}}}$$
(5.17)

Se ha demostrado que la ecuación (5.16) tiene solución y es única, aunque no existe solución analítica de la misma (McCool, 1970). Para resolverla es necesario recurrir a un método numérico como el de Newton-Rapson. Una vez calculado el módulo de Weibull, el parámetro de escala se obtiene directamente de la ecuación (5.17).

De todos los métodos analizados en los apartados anteriores el de máxima verosimilitud es el óptimo para la estimación de los parámetros de una distribución de Weibull de dos parámetros (Langlois, 1991). La norma ASTM C1239-94a recomienda este método para determinar los parámetros en el caso de valores de resistencia en tracción y en flexión.

## 5.2 ESTIMACIÓN DE LOS PERCENTILES DE LA DISTRIBUCIÓN

#### 5.2.1 INTRODUCCIÓN

Al analizar estadísticamente los resultados de resistencia mecánica de una serie de ensayos resulta de gran interés determinar el valor de tensión, llamado percentil  $\sigma_p$ , asociado a un valor predeterminado de probabilidad de fallo, p, es decir,

$$P(\sigma \le \sigma_p) = p \tag{5.18}$$

En el caso de la distribución de Weibull de dos parámetros:

$$F(\sigma_p) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m} = p \tag{5.19}$$

En concreto:

$$\sigma_p = \sigma_o \cdot \ln \left(\frac{1}{1-p}\right)^{\frac{1}{m}}$$
(5.20)

Es posible realizar una estimación del percentil a partir de esta ecuación si se conocen las correspondientes a los parámetros de la distribución de Weibull.

$$\hat{\sigma}_{p} = \hat{\sigma}_{o} \cdot \ln \left( \frac{1}{1-p} \right)^{\frac{1}{m}}$$
(5.21)

Al igual que en el caso de los parámetros, m y  $\sigma_o$ , se pueden emplear alguno de los métodos presentados en el apartado anterior para estimar los percentiles de la distribución. En este apartado se realiza un estudio que permite identificar cuál de ellos es el más preciso para realizar dicha estimación.

#### 5.2.2 FUNDAMENTO DE LA SIMULACIÓN

Para que cualquier estudio de los estimadores de los parámetros de la distribución de Weibull sea independiente de los valores reales de los mismos, es necesario definir unas variables, denominadas pivote, que sólo sean función del tamaño de muestra. Si se definen las variables  $\frac{\hat{m}}{m}$  y  $\hat{m} \cdot \ln(\frac{\hat{\sigma}_{o}}{\sigma_{o}})$  se puede demostrar que, para el método de máxima verosimilitud y el método de regresión lineal generalizado, estas variables sólo dependen del tamaño de muestra y no de los valores reales (Thoman *et al*, 1969).

Para el estudio de los intervalos de confianza de los percentiles de la distribución de Weibull no es conveniente su estimación directa mediante la ecuación (5.21) ya que las variables m y  $\sigma_o$  no son estadísticamente independientes. En su lugar se puede definir una variable pivote a partir de las ecuaciones (5.20) y (5.21) (Fernández *et al*, 1993).

$$\hat{m} \cdot \ln\left(\frac{\hat{\sigma}_{p}}{\sigma_{p}}\right) = \hat{m} \cdot \ln\left(\frac{\hat{\sigma}_{o}}{\sigma_{o}}\right) + \left(1 - \frac{\hat{m}}{m}\right) \cdot \ln\left(\ln\frac{1}{1 - p}\right)$$
(5.22)

Se puede demostrar que esta variable también es independiente del valor real de los parámetros para los dos métodos indicados anteriormente (Fernández *et al*, 1993).

Para determinar el método óptimo de estimación de los percentiles de esta variable se ha recurrido a técnicas de simulación aleatoria de tipo Montecarlo. En la figura 5.1 se muestra el esquema del proceso de simulación. A partir de unos valores fijados (iguales a la unidad) de los parámetros de la distribución de Weibull, m y  $\sigma_o$ , se pueden obtener muestras de tamaño n a partir de la ecuación (5.23).

$$\sigma_i = \sigma_o \cdot \ln \left(\frac{1}{R}\right)^{\frac{1}{m}}$$
(5.23)

Donde **R** es una variable aleatoria con distribución uniforme en el intervalo [0,1]. Para cada muestra se han estimado los parámetros  $\hat{m}$  y  $\hat{\sigma}_{o}$  empleando el método de máxima verosimilitud y el de regresión lineal generalizada en sus diversas variantes. A partir ellos se construyen las variables pivote. Realizando un número elevado de repeticiones, en este caso 20000, se genera una distribución estadística de las variables pivote, en concreto la correspondiente a cada percentil, que permite calcular numéricamente su media y su desviación típica. Los métodos de estimación analizados en este apartado se recogen en la tabla (5.1).



Figura 5.1. Diagrama de flujo del proceso de simulación.

TABLA 5.1 Métodos de estimación empleados en el análisis

Código	Tipo	Ecuación F <sub>i</sub>	Ecuación W <sub>i</sub>
1	Regresión lineal	5.14.a	
2	Regresión lineal	5.14.b	
3	Regresión lineal ponderada	5.14.a	5.12
4	Regresión lineal ponderada	5.14.b	5.13
5	Regresión lineal ponderada	5.14.a	5.12
6	Regresión lineal ponderada	5.14.b	5.13
7	Máxima verosimilitud		
8	Regresión lineal	5.14.c	
9	Regresión lineal ponderada	5.14.c	5.12
10	Regresión lineal ponderada	5.14.c	5.13

#### 5.2.3 RESULTADOS

Empleando el método de simulación descrito se ha estimado la variable pivote correspondiente a tres percentiles (0,01, 0,025 y 0,05) y para tamaños de muestra variables entre 5 y 50. En las tablas (5.2) a (5.4) se muestra el resultado de la media y la desviación típica, en función del tamaño de muestra, de las variables pivote estimadas mediante los diferentes métodos presentados en la tabla (5.1).

Para determinar el método óptimo de estimación de los parámetros de la distribución de Weibull se emplea el coeficiente de variación de la distribución de las variables pivote (Langlois *et al*, 1991). En el caso de la variable  $\hat{m} \cdot \ln\left(\frac{\sigma_p}{\sigma_p}\right)$ se ha decidido emplear como criterio de selección la desviación típica, que está relacionada con la precisión que posee el método.

Empleando el criterio de la desviación típica se observa que por encima de un tamaño de muestra mayor de 7 el método que presenta una menor desviación típica es el número 10, que corresponde a una regresión lineal ponderada. Por debajo de ese tamaño el mejor método es el 9, que también corresponde a una regresión lineal. Este resultado es válido para los tres percentiles estudiados.

Por tanto, el método más preciso para la estimación de la variable pivote asociada a los percentiles de la distribución de Weibull, al menos para los percentiles analizados, es el de regresión lineal ponderada que emplea la ecuación 5.14.c para estimar  $F_i$ .

Los resultados obtenidos del estudio realizado en este apartado han dado lugar a un artículo aceptado para su publicación en la revista Journal of Materials Science Letters (Barbero *et al*, 1998).

Capítulo 5

.....

TABLA 5.2 Media ± desviación estándar de la variable  $\stackrel{\wedge}{\text{m}} \ln(\frac{\sigma_p}{\sigma_p})$  para los diez métodos analizados y diversos tamaños de muestra.

MÉTODOS 2 3 4 5 6 7 8 10 1 9 n 0.902±3.366 0.256±2.958 0.429±3.113 0.047±2.802 0.568±3.144 -0.047±2.767 1.970±3.745 -0.408±2.533 -0.585±2.402 -0.527±2.432 5  $0.064 \pm 2.300$ -0.126±2.153 0.314±2.382 -0.193±2.141 -0.625±1.899 0.621±2.583 0.211±2.386 1.498±2.988 -0.519±2.000 -0.664±1.882 6 0.496±2.235 -0.004±2.011 0.113±2.081 -0.186±1.871 0.200±2.050 -0.238±1.880 1.205±2.457 -0.537±1.769 -0.661±1.666 -0.634±1.670 7 8 0.395±1.992 -0.061±1.806 0.063±1.867 -0.221±1.676 0.127±1.822 -0.253±1.697  $1.010 \pm 2.148$ -0.553±1.605 -0.642±1.515 -0.633±1.510 -0.236±1.544 0.081±1.667 -0.256±1.580 9 0.333±1.845 -0.089±1.685 0.028±1.729 0.858±1.911 -0.549±1.510 -0.615±1.418 -0.617±1.402 0.283±1.739 -0.112±1.597 0.002±1.632 -0.246±1.465 0.045±1.572 -0.256±1.502 0.758±1.741 -0.544±1.441 -0.589±1.357 -0.602±1.340 10 -0.252±1.249 0.000±1.330 12 0.204±1.490 -0.147±1.382 -0.032±1.405 -0.249±1.302 0.616±1.514 -0.536±1.261 -0.539±1.185 -0.568±1.154 0.165±1.376 -0.154±1.286 -0.046±1.287 -0.242±1.146 -0.019±1.211 -0.232±1.204 0.509±1.347 -0.511±1.183 -0.488±1.105 -0.527±1.068 14 -0.225±1.066 0.134±1.265 -0.159±1.189 -0.041±1.210 -0.025±1.124 -0.206±1.138 0.438±1.209 -0.491±1.101 -0.437±1.049 -0.486±0.997 16 0.110±1.187 -0.162±1.121 -0.045±1.138 -0.215±1.003  $-0.032 \pm 1.054$ -0.192±1.076 0.381±1.107 -0.472±1.044 -0.401±0.998 -0.455±0.943 18 20 0.087±1.121 -0.168±1.063 -0.052±1.066 -0.205±0.944 -0.038±0.989 -0.183±1.014 0.336±1.042 -0.459±0.995 -0.372±0.947 -0.427±0.891 30 0.047±0.912 -0.150±0.877 -0.041±0.867 -0.154±0.770 -0.037±0.798 -0.128±0.838 0.222±0.813 -0.381±0.834 -0.258±0.798 -0.317±0.736 0.022±0.788 -0.142±0.763 -0.038±0.742 -0.125±0.662  $-0.035 \pm 0.682$ -0.103±0.724 0.163±0.684 -0.337±0.733 40 -0.201±0.697 -0.253±0.638 -0.132±0.678 -0.030±0.660 -0.103±0.592 -0.082±0.647 0.010±0.697 -0.030±0.607  $-0.302 \pm 0.656$ -0.161±0.628 -0.209±0.573 50 0.127±0.601

(20000 muestras de cada tamaño). Percentil p = 0.01

TABLA 5.3 Media ± desviación estándar de la variable  $\hat{m} \ln(\hat{\frac{\sigma_p}{\sigma_p}})$  para los diez métodos analizados y diversos tamaños de muestra

( 20000 muestras de cada tamaño ). Percentil p = 0,025

#### MÉTODOS

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	0,718±2,723	0,209±2,392	0,338±2,518	0,036±2,268	0,445±2,545	-0,037±2,239	1,561±3,032	-0,315±2,049	-0,459±1,943	-0,415±1,968
6	0,496±2,098	0,057±1,868	0,166±1,940	-0,101±1,751	0,244±1,938	-0,152±1,741	1,187±2,432	-0,403±1,624	-0,522±1,530	-0,493±1,544
7	0,398±1,821	0,003±1,638	0,089±1,696	-0,148±1,527	0,155±1,674	-0,188±1,533	0,957±2,007	-0,417±1,441	-0,520±1,359	-0,500±1,363
8	0,318±1,623	-0,043±1,472	0,049±1,523	-0,176±1,370	0,097±1,489	-0,199±1,386	0,802±1,757	-0,430±1,307	-0,505±1,237	-0,500±1,234
9	0,268±1,505	-0,065±1,374	0,021±1,412	-0,188±1,264	0,061±1,365	-0,202±1,291	0,681±1,564	-0,428±1,231	-0,484±1,159	-0,488±1,148
10	0,229±1,418	-0,083±1,302	0,001±1,332	-0,196±1,199	0,033±1,287	-0,202±1,227	0,602±1,428	-0,424±1,174	-0,464±1,109	-0,476±1,096
12	0,165±1,217	-0,112±1,128	-0,026±1,148	-0,201±1,025	-0,003±1,091	-0,196±1,066	0,489±1,244	-0,418±1,029	-0,425±0,971	-0,449±0,947
14	0,134±1,123	-0,117±1,049	-0,037±1,053	-0,193±0,941	-0,018±0,995	-0,183±0,986	0,405±1,108	-0,399±0,965	-0,385±0,906	-0,417±0,877
16	0,109±1,033	-0,122±0,970	-0,033±0,989	-0,180±0,876	-0,022±0,924	-0,162±0,931	0,348±0,995	-0,383±0,898	-0,344±0,860	-0,385±0,819
18	0,090±0,969	-0,124±0,915	-0,036±0,931	-0,171±0,825	-0,028±0,867	-0,151±0,881	0,303±0,911	-0,369±0,852	-0,315±0,819	-0,360±0,776
20	0,072±0,915	-0,129±0,867	-0,041±0,872	-0,163±0,777	-0,032±0,813	-0,144±0,830	0,267±0,859	-0,359±0,811	-0,293±0,776	-0,338±0,733
30	0,040±0,744	-0,116±0,715	-0,032±0,709	-0,123±0,634	-0,031±0,657	-0,101±0,686	0,177±0,671	-0,298±0,680	-0,203±0,654	-0,251±0,606
40	0,020±0,642	-0,110±0,622	-0,030±0,608	-0,099±0,546	-0,029±0,562	-0,081±0,593	0,129±0,565	-0,263±0,597	-0,158±0,571	-0,201±0,526
50	0,010±0,568	-0,102±0,552	-0,024±0,540	-0,082±0,488	-0,025±0,500	-0,065±0,530	0,101±0,497	-0,237±0,534	-0,127±0,515	-0,165±0,472

TABLA 5.4 Media ± desviación estándar de la variable  $\stackrel{\wedge}{m} \ln(\frac{\sigma_p}{\sigma_p})$  para los diez métodos analizados y diversos tamaños de muestra

 $\wedge$ 

· · ·					MÉTO	DDOS				
n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	0.579±2.238	0.173±1.966	0.268±2.069	0.027±1.865	0.351±2.093	-0.029±1.840	1.249±2.494	-0.243±1.683	-0.363±1.597	-0.329±1.618
6	0.401±1.733	0.051±1.542	0.131±1.604	-0.083±1.449	0.191±1.603	-0.121±1.440	0.950±2.013	-0.315±1.341	-0.414±1.266	-0.392±1.278
7	0.323±1.508	0.008±1.356	0.070±1.406	-0.120±1.269	0.120±1.390	-0.149±1.272	0.768±1.668	-0.325±1.193	-0.412±1.128	-0.398±1.132
8	0.259±1.345	-0.029±1.220	0.039±1.264	-0.142±1.140	0.075±1.239	-0.158±1.151	0.643±1.463	-0.337±1.083	-0.401±1.028	-0.398±1.026
9	0.219±1.249	-0.047±1.140	0.016±1.173	-0.152±1.053	0.045±1.137	-0.161±1.074	0.545±1.303	-0.335±1.021	-0.384±0.965	-0.389±0.956
10	0.187±1.176	-0.061±1.079	0.000±1.106	-0.158±0.999	0.023±1.072	-0.161±1.020	0.483±1.193	-0.333±0.973	-0.368±0.923	-0.380±0.913
12	0.136±1.011	-0.084±0.937	-0.021±0.956	-0.162±0.857	-0.005±0.912	-0.156±0.888	0.393±1.041	-0.329±0.854	-0.337±0.810	-0.359±0.792
14	0.110±0.933	-0.090±0.871	-0.030±0.876	-0.156±0.788	-0.017±0.833	-0.146±0.822	0.325±0.927	-0.314±0.801	-0.306±0.756	-0.333±0.734
16	0.091±0.858	-0.093±0.805	-0.027±0.823	-0.145±0.734	-0.019±0.773	-0.129±0.776	0.279±0.835	-0.301±0.745	-0.273±0.718	-0.308±0.686
18	0.075±0.805	-0.095±0.759	-0.029±0.775	-0.138±0.692	-0.024±0.726	-0.120±0.735	0.243±0.764	-0.290±0.707	-0.250±0.684	-0.288±0.650
20	0.060±0.759	-0.100±0.719	-0.033±0.726	-0.131±0.650	-0.027±0.681	-0.115±0.692	0.215±0.722	-0.283±0.673	-0.233±0.648	-0.270±0.614
30	0.034±0.617	-0.090±0.593	-0.026±0.591	-0.099±0.532	-0.026±0.551	-0.081±0.572	0.142±0.564	-0.234±0.563	-0.161±0.546	-0.201±0.509
40	0.018±0.532	-0.085±0.515	-0.024±0.506	-0.080±0.458	-0.024±0.471	-0.065±0.494	0.104±0.475	-0.207±0.494	-0.126±0.477	-0.160±0.442
50	0.009±0.470	-0.080±0.458	-0.019±0.450	-0.066±0.410	-0.021±0.419	-0.052±0.442	0.081±0.419	-0.186±0.442	-0.101±0.430	-0.132±0.397

(20000 muestras de cada tamaño). Percentil p = 0.05

#### 5.3 DETERMINACIÓN DE INTERVALOS DE CONFIANZA

#### 5.3.1 INTRODUCCIÓN

Cuando se estima una variable aleatoria, y, a partir de una muestra se suele indicar el nivel de confianza,  $I-\alpha$ , con el que dicha estimación se ha realizado. Esto implica que el valor real de la variable pertenecerá a un intervalo, denominado intervalo de confianza con una probabilidad de  $I-\alpha$ . Se pueden definir intervalos de una, ecuación (5.24.a), o de dos colas, ecuación (5.24.b).

$$P[C_1 < y < C_2] \le 1 - \alpha$$
 (5.24.a)

$$P[y < C_2] \le 1 - \alpha \tag{5.24.b}$$

El intervalo de confianza de dos colas se calcula a partir de los percentiles  $1-\alpha/2$  y  $\alpha/2$  de la distribución asociada a la variable aleatoria, ecuaciones (5.25.a) y (5.25.b).

$$P[y < C_2] \le 1 - \frac{\alpha}{2}$$
 (5.25.b)

$$P[y < C_1] \le \frac{\alpha}{2} \tag{5.25.b}$$

Los estimadores de los parámetros de la distribución de Weibull y de sus percentiles son variables aleatorias. Por tanto se puede realizar un análisis estadístico de los mismos, que conduce a la obtención de sus intervalos de confianza. Normalmente para ello se recurre a tablas de percentiles calculados numéricamente. En este apartado se han desarrollado funciones de ajuste para facilitar dicho análisis.

#### 5.3.2 FUNDAMENTO DE LA SIMULACIÓN

La determinación de los intervalos de confianza de dos colas de los estimadores de los parámetros y de los percentiles de la distribución de Weibull, ecuaciones (5.26a) a (5.26.c), requieren que las variables empleadas sean independientes de los valores reales de los mismos. Para ello se definen las mismas variables pivote que en el apartado anterior.

$$\Pr(C_2 \cdot \hat{m} < m < C_1 \cdot \hat{m}) = 1 - \gamma$$
(5.26.a)

$$\Pr\left(\hat{\sigma}_{o} \cdot e^{\left(-\frac{D_{2}}{m}\right)} < \sigma_{o} < \hat{\sigma}_{o} \cdot e^{\left(-\frac{D_{1}}{m}\right)}\right) = 1 - \gamma \qquad (5.26.b)$$

$$\Pr\left(\hat{\sigma}_{p} \cdot e^{\left(-\frac{E_{2}}{m}\right)} < \sigma_{p} < \hat{\sigma}_{p} \cdot e^{\left(-\frac{E_{1}}{m}\right)}\right) = 1 - \gamma \qquad (5.26.c)$$

Para determinar los coeficientes  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $E_1$ ,  $E_2$  se parte de los percentiles de las variable pivote, ecuaciones (5.27.a) a (5.27.c) (Thoman *et al*, 1969).

$$\Pr\left(\frac{\hat{m}}{m} < l_{\gamma}\right) = \gamma \tag{5.27.a}$$

$$\Pr\left(\hat{m} \cdot \ln\left(\frac{\hat{\sigma}_{o}}{\sigma_{o}}\right) < l_{\gamma}\right) = \gamma$$
 (5.27.b)

$$\Pr\left(\hat{m} \cdot \ln\left(\frac{\hat{\sigma}_p}{\sigma_p}\right) < l_{\gamma}\right) = \gamma$$
 (5.27.c)

Para determinar los momentos y los percentiles de las variables pivote se recurre a un método de simulación de Montecarlo análogo al descrito en el apartado anterior. En los estudios posteriores se han empleado las variables pivote que se muestran en la tabla (5.5).

Variable básica	Variable pivote
Módulo de Weibull, $m$	^ <u>m</u> m
Resistencia característica, $\hat{\sigma}_o$	$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_{o}}{\sigma_{o}} \right) $
Percentil p = 0,01, $\sigma_p$	$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right) $
Percentil p = 0,1, $\sigma_p$	$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right) $

I ABLA 5.5 variables empleadas en el estud
--

.

#### 5.3.3 AJUSTES EMPÍRICOS DE LOS MOMENTOS

Se ha realizado un estudio previo al de los intervalos de confianza sobre las variables pivote de la tabla (5.5). Se han analizado sus momentos, media y desviación típica entre otros. A partir del proceso descrito se obtiene la variación de los diferentes momentos de las variables pivote como función del tamaño de muestra, habiéndose ajustado a estos resultados funciones empíricas.

Para el ajuste de la media se han empleado funciones de tipo potencial de tres parámetros, de la forma:

$$X_{ave} = A + B \cdot \frac{1}{n^C} \tag{5.28}$$

Los parámetros de esta función, se encuentran recogidos en la tabla (5.6). Tal como se puede observar del coeficiente de correlación del ajuste y de las figuras 5.2 a 5.5 el ajuste es suficientemente preciso para que sea posible su uso sustituyendo a las tablas.

También se han realizado ajustes de la desviación típica de las cuatro variables pivote como función del tamaño de muestra. En este caso se emplean funciones de ajuste de tipo potencial, análogas a las empleadas en el caso de la media:

$$X_{std} = A + B \cdot \frac{1}{n^C} \tag{5.29}$$

El ajuste que se consigue es menos preciso, especialmente para tamaños de muestra superiores a 60, con coeficientes de correlación de 0,996, tabla (5.7). En este caso no se han representado las curvas.



Figura 5.2. Variación de la media de la variable  $\frac{\hat{m}}{m}$  con del tamaño de muestra, n. Ajuste de la tabla 5.2. Método de simulación de máxima verosimilitud. Número de simulaciones: 20000.



Figura 5.3. Variación de la media de la variable  $\hat{m} \cdot \ln \left( \frac{\hat{\sigma}_{o}}{\sigma_{o}} \right)$  con el tamaño de

muestra, n. Ajuste empírico de la tabla 5.2. Método de simulación de máxima verosimilitud. Número de simulaciones: 20000.



Figura 5.4. Variación de la media de la variable  $\bigwedge_{m \to \ln} \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right) para el percentil$ 





Figura 5.5. Variación de la media de la variable  $\stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right)$  para el percentil



, r	Número de	simulacion	es: 20000	
Variable	Α	В	С	R
^ <u>m</u> m	1,0105	3,9088	1,3800	0,9994
$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_o}{\sigma_o} \right) $	-0,0016	-1,1956	1,8433	0,9965
$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right), p = 0.01 $	0,0458	17,1120	1,3682	0,9994
$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right), p = 0,1 $	0,0214	7,9359	1,3560	0,9995

TABLA 5.6 Ajuste de la media de las variables pivote

\_\_\_\_\_

 TABLA 5.7 Ajuste de la desviación típica de las variables pivote

Número de simulaciones: 20000								
Variable	A	В	С	R				
^ <u>m</u> m	0,0802	5,9133	1,3178	0,9959				
$\bigwedge^{\wedge} m \ln \left( \frac{\sigma_{o}}{\sigma_{o}} \right)$	0,0834	3,3469	0,9994	0,9978				
$\bigwedge_{m \cdot} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right), p = 0.01$	0,3968	24,5900	1,2410	0,9962				
$ \bigwedge_{m \in \ln} \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right), p = 0,1 $	0,2133	11,2200	1,1579	0,9966				

.

Para tratar de obtener aproximaciones más precisas de la desviación típica de las variables pivote se ha empleado una función del tipo:

$$A + B \cdot \ln(n) + C \cdot \frac{1}{n^{D}}$$
(5.30)

Con ella se consigue una aproximación comparable a la obtenida para el caso de la media, tabla (5.8). Como ejemplo de la mejora que se alcanza con esta se muestran simultáneamente, en la figura 5.6, los dos ajustes realizados sobre la desviación típica de la

variable  $\frac{\hat{m}}{m}$ . La precisión aumenta especialmente para tamaños de muestra superiores a 60. Sin embargo la función de ajuste es más compleja, requiriendo cuatro parámetros, frente a tres.

Número de simulaciones: 20000								
Variable	Α	В	С	D	R			
^ <u>m</u> m	0,3622	-0,1441	17,4030	2,1307	0,9993			
$ \stackrel{\wedge}{m} \ln \left( \frac{\sigma_o}{\sigma_o} \right) $	0,4120	-0,1559	7,1957	1,6847	0,9997			
$ \bigwedge_{m \in \mathbb{N}} \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right), p = 0.01 $	1,8109	-0,7125	69,804	2,0466	0,9994			
$ \bigwedge_{m \cdot \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right), p = 0, 1 $	0,9993	-0,3892	30,02	1,9449	0,9994			

TABLA 5.8 Ajuste de la desviación típica de las variables pivote



Figura 5.6. Ajuste de la desviación típica de la variable  $\frac{m}{m}$  empleando dos ajustes. Ajuste 1:  $A + B \cdot \frac{1}{n^{C}}$ . Ajuste 2:  $A + B \cdot \ln(n) + C \cdot \frac{1}{n^{D}}$ .

#### 5.3.4 AJUSTE EMPÍRICO DE LOS PERCENTILES

Se han calculado numéricamente los percentiles de las distribuciones correspondientes a las variables pivote a partir de los 20000 valores obtenidos de la simulación.

Los intervalos de confianza que se emplean en la práctica son elevados lo que obliga a emplear percentiles muy pequeños y muy grandes. Por ello, en este apartado, se ha realizado un ajuste en función del percentil y del tamaño de muestra para dos rangos de percentiles. El primero para percentiles entre 0,01 y 0,10 y el segundo para percentiles entre 0,90 y 0,99. Se han ajustado funciones de dos parámetros, el tamaño de muestra y el percentil correspondiente.

Para la variable  $\frac{m}{m}$  se ha empleado una función de tipo logarítmico para los percentiles inferiores a 0,1, de la forma:

$$XME\gamma = m_1(\gamma) + m_2(\gamma) \cdot \ln(n + m_3(\gamma))$$
 (5.31)

y otra de tipo potencial para los percentiles superiores a 0,90, de la forma:

$$XME_{\gamma} = m_1(\gamma) + m_2(\gamma) \cdot \left(\frac{1}{n}\right)^{m_3(\gamma)}$$
 (5.32)

Para el resto de las variables pivote se han empleado funciones de tipo potencial para todos los percentiles.

$$XME_{\gamma} = m_1(\gamma) + m_2(\gamma) \cdot \left(\frac{1}{n}\right)^{m_3(\gamma)}$$
 (5.33)

Cada uno de los parámetros  $m_1$ ,  $m_2$  y  $m_3$  son funciones del percentil empleado; para su ajuste también se han empleado funciones potenciales:

$$m_i = A_i + B_i \cdot \gamma^{C_i} \tag{5.34}$$

Se ha conseguido aproximar con precisión los percentiles de las cuatro variables pivote mediante funciones simples tal como se observa en las tablas (5.9) a (5.12). Como ejemplo de la precisión alcanzada se ha empleado la función de ajuste para el percentil

p=0,05 de la variable  $\frac{m}{m}$  en función del tamaño de muestra, figura 5.7.



Figura 5.7. Percentil 0,05 de la variable  $\frac{m}{m}$ . Resultado numérico y ajuste empírico de la tabla 5.5.

 $\wedge$ 

Número de simulaciones: 20000					
	Percentil	es γ < 0,10	····-		
$X\gamma = m_1 - m_2 \cdot \ln (n + m_3)$				Coeficiente de	
Parámetro	Α	В	С	correlación	
<b>m</b> 1	0,1713	0,9426	0,2520	0,9999	
<b>m</b> 2	-1,0183	1,0515	-0,0321	0,9947	
<b>m</b> 3	-2,7383	34,8930	1,3216	0,9925	
	Percentil	es γ > 0,90			
	$X\gamma = m_1$	Coeficiente de			
Parámetro	Α	В	С	correlación	
<b>m</b> 1	1,0814	0,1774	-25,2790	0,9972	
m <sub>2</sub>	7,7807	36,5250	-45,9980	0,9947	
<b>m</b> 3	1,0982	0,4097	-23,3130	0,9948	

## **TABLA 5.9** Ajuste biparamétrico de los percentiles de la variable $\frac{m}{m}$

 TABLA 5.10 Ajuste biparamétrico de los percentiles de la variable  $n \cdot \ln \left( \frac{\sigma_o}{\sigma_o} \right)$ 

Número de simulaciones: 20000						
	Percentil	es γ < 0,10		a an <u>an an a</u>		
	Coeficiente de					
Parámetro	Α	В	С	correlación		
m <sub>i</sub>	-0,0224	-0,1144	-0,2677	0,9953		
m <sub>2</sub>	-9,4857	-0,3917	-1,1399	0,9985		
m <sub>3</sub>	0,8417	0,1494	-0,4146	0,9957		
	Percentil	es $\gamma > 0,90$				
	$\mathbf{X}\boldsymbol{\gamma} = \mathbf{m}_{1}$	Coeficiente de				
Parámetros	A	В	С	correlación		
m <sub>1</sub>	0,0624	0,1778	-35,6950	0,9957		
m <sub>2</sub>	2,4058	9,3276	-46,2740	0,9962		
m <sub>3</sub>	0,7306	0,3823	-37,8620	0,9939		

TABLA 5.11 Ajuste biparamétrico de los percentiles de la variable $\bigwedge_{m \to m} \ln \left( \frac{\sigma_p}{\sigma_p} \right)$ , p=0,0
--

ercentiles $\gamma$ X $\gamma = m_1 + m_2$ A	< 0,10 •n <sup>-m3</sup> B		Coeficiente de	
$\mathbf{X}\boldsymbol{\gamma} = \mathbf{m}_1 + \mathbf{m}_2$	•n <sup>-m3</sup> B		Coeficiente de	
Α	В	~		
		C	correlación	
271 4	39,6600	3,3642	0,9816	
5010	7,9539	0,2271	0,9998	
634 -	7,3206	2,0000	0,9921	
ercentiles $\gamma$	> 0,90	tere interestor		
$\mathbf{X}\boldsymbol{\gamma} = \mathbf{m}_1 + \mathbf{m}_2 \cdot \mathbf{n}^{-\mathbf{m}^3}$				
A	В	С	correlación	
240	0,9176	29,1650	0,9985	
3480 1	66,9400	48,8190	0,9964	
815	0,4326	31,9120	0,9983	
	5271   4 $5010   5010  5010   5010   5010  5010   5010   5010   5010   5010   5010$	$2271$ $439,6600$ $5010$ $7,9539$ $634$ $-7,3206$ ercentiles $\gamma > 0,90$ $X\gamma = m_1 + m_2 \cdot n^{-m_3}$ A       B $240$ $0,9176$ $3480$ $166,9400$ $815$ $0,4326$	$2271$ $439,6600$ $3,3642$ $5010$ $7,9539$ $0,2271$ $634$ $-7,3206$ $2,0000$ ercentiles $\gamma > 0,90$ $X\gamma = m_1 + m_2 \cdot n^{-m_3}$ A       B       C $240$ $0,9176$ $29,1650$ $3480$ $166,9400$ $48,8190$ $815$ $0,4326$ $31,9120$	

.'

TABLA 5.12 Ajuste biparamétrico de los percentiles de la variable  $\bigwedge_{m}^{\wedge} \ln \left( \frac{\alpha_p}{\sigma_p} \right)$ , p=0,1

	Percentil	es γ < <b>0,10</b>		
	$\mathbf{X}\boldsymbol{\gamma} = \mathbf{m}_{\mathbf{i}}$	Coeficiente de		
Parámetro	Α	В	С	correlación
m	0,1548	3,7551	2,0269	0,9748
m <sub>2</sub>	-4,0560	5,2491	0,3402	0,9999
m <sub>3</sub>	0,3380	-1,2653	1,3597	0,9928
	Percentile	es $\gamma > 0,90$ ,		
	$\mathbf{X}\mathbf{\gamma} = \mathbf{m}_1$	Coeficiente de		
Parámetros	Α	В	С	correlación
mı	0,2267	0,5030	28,8770	0,9964
m <sub>2</sub>	16,5520	78,5800	49,5160	0,9940
m <sub>3</sub>	1,0285	0,4227	30,1750	0,9926

Número de simulaciones: 20000

#### 5.4 ESTUDIO DE LOS ADMISIBLES DE DISEÑO

#### 5.4.1 INTRODUCCIÓN

Cuando se realizan ensayos mecánicos sobre materiales frágiles, entre ellos los materiales cerámicos, se suelen proporcionar dos valores de resistencia, denominados admisible de diseño A y admisible B. Estos valores corresponden al percentil del 1% y 10% respectivamente. La estimación de dichos admisibles se realiza con un nivel de confianza del 95% (empleando un intervalo de confianza de una sola cola). Para una distribución de Weibull de dos parámetros ambos admisibles se determinan a partir de la ecuación (5.21).

$$\sigma_{A} = \sigma_{o}^{\wedge} \cdot \left( \ln \left( \frac{1}{P_{A}} \right) \right)^{\frac{1}{m}}$$

$$\sigma_{B} = \sigma_{o}^{\wedge} \cdot \left( \ln \left( \frac{1}{P_{B}} \right) \right)^{\frac{1}{m}}$$
(5.36)

Los valores de  $P_A$  y  $P_B$  son funciones únicamente del número de ensayos realizados y del método de estimación. Generalmente estos valores se calculan mediante el método de máxima verosimilitud y se presentan en forma de tablas (Neal *et al*, 1987). Tal como se ha demostrado el método de máxima verosimilitud no es el más adecuado para estimar los intervalos de confianza de los percentiles de la distribución de Weibull de dos parámetros (Barbero *et al*, 1998). Por ello en este apartado se calculan los admisibles de diseño empleando los métodos óptimos. También se desarrollan expresiones empíricas que aproximen los parámetros  $P_A$  y  $P_B$ .

#### 5.4.2 ESTIMACIÓN DE LOS ADMISIBLES

Para determinar los valores de  $P_A$  y  $P_B$  se han empleado las técnicas de simulación aleatorias ya descritas. Se han empleado tres métodos de simulación para estimar la

variable pivote  $\bigwedge^{\wedge}_{m \cdot \ln \left(\frac{\sigma_p}{\sigma_p}\right)}$ ; el primero es el de máxima verosimilitud, método 1, que

permite comparar los resultados obtenidos con los de otros investigadores. Los otros dos métodos son de regresión lineal ponderada empleando la ecuación (5.14.c), uno empleando la ecuación de ponderación (5.12), método 2, y o**r**o empleando la ecuación de ponderación (5.13), método 3. Se han realizado 20000 simulaciones para tamaños crecientes de muestra entre 5 y 120.

Sobre la distribución de 20000 valores de la variable 
$$\bigwedge_{m} \ln \left( \frac{\alpha_p}{\sigma_p} \right)$$
 se ha calculado

numéricamente el percentil del 95%. A partir de éste se puede estimar el admisible de diseño y la expresión para  $P_A$  y  $P_B$  empleando las ecuaciones (5.35) a (5.36).

Se presentan en forma de tabla los valores de  $P_A$  y  $P_B$  estimados mediante los tres métodos analizados. El resultado presentado en la tabla (5.13), correspondiente al método 1 (máxima verosimilitud), es coincidente con el obtenido por otros investigadores (Neal *et al*, 1987).
Ν	Método 1	Método 2	Método 3
5	0,999998	0,999664	0,999698
6	0,999990	0,999391	0,999419
7	0,999967	0,999136	0,999140
8	0,999926	0,998727	0,998742
9	0,999871	0,998550	0,998540
10	0,999808	0,998441	0,998330
11	0,999730	0,998283	0,998127
12	0,999634	0,998052	0,997855
13	0,999566	0,998024	0,997783
14	0,999481	0,997911	0,997621
15	0,999423	0,997798	0.997550
16	0.999268	0.997670	0.997308
17	0.999230	0.997650	0 997281
18	0.999094	0,997579	0.997157
19	0,999043	0,997465	0,997046
20	0,9999013	0.997432	0,996960
20	0,998755	0,997752	0,996730
24	0,998567	0,007106	0,996637
2 <del>4</del> 26	0,008411	0.007107	0.006520
20	0,008240	0,997107	0,990329
20	0,990249	0,990949	0,990379
30	0,998038	0,990821	0,990194
32	0,997932	0,990781	0,990130
34	0,997871	0,990773	0,990142
36	0,997717	0,996710	0,996072
38	0,997564	0,996534	0,995877
40	0,997468	0,996449	0,995836
42	0,997285	0,996322	0,995669
44	0,997285	0,996465	0,995763
46	0,997122	0,996288	0,995554
48	0,997075	0,996257	0,995605
50	0,996995	0,996154	0,995542
52	0,996834	0,996089	0,995449
54	0,996739	0,995999	0,995344
56	0,996671	0,995964	0,995308
58	0,996636	0,995959	0,995332
60	0,996553	0,995878	0,995255
62	0,996470	0,995903	0,995246
64	0,996376	0,995731	0,995153
66	0,996343	0,995792	0,995216
68	0,996287	0,995704	0,995122
70	0,996158	0,995575	0,995011
72	0,996099	0,995506	0,994970
74	0,996032	0,995547	0,994969
76	0,996005	0,995650	0,995024
78	0,995940	0,995515	0,994947
80	0,995925	0,995464	0,994890
85	0,995698	0,995266	0,994699
90	0,995612	0,995246	0,994703
95	0,995519	0,995236	0,994646
100	0,995420	0,995187	0,994623
110	0,995199	0,994993	0,994415
120	0,994949	0,994786	0,994211

TABLA 5.13 Admisible de diseño A. Valores de P<sub>A</sub>

N	Método 1	Método 2	Método 3
5	0,998752	0,983578	0,984478
6	0,997063	0,977665	0,977920
7	0,994935	0,973469	0,973700
8	0,992209	0,968253	0,968243
9	0,989615	0,965800	0,965195
10	0,987381	0,964235	0,962924
11	0,985171	0,962447	0,960869
12	0,982608	0,959953	0,958214
13	0,980794	0,959010	0,956880
14	0,978918	0,958209	0,955333
15	0,977733	0,956967	0,954421
16	0,974846	0,954912	0,952102
17	0,973983	0,955432	0,951956
18	0,972151	0,954659	0,950835
19	0,970897	0,952737	0,949706
20	0,969497	0,953039	0,948874
22	0,967031	0,950949	0.946811
24	0.964416	0.95012	0.945822
26	0.962229	0.949138	0.94454
28	0.960528	0.947706	0.943813
30	0.958711	0.947049	0.942476
32	0.956683	0.945932	0.941366
34	0.956638	0.946586	0.942275
36	0.954777	0.945366	0.941247
38	0.953004	0 944138	0 939373
40	0.952075	0.943216	0.939056
42	0,950362	0.942156	0.938021
44	0.94997	0.942776	0.938161
46	0.948358	0.941518	0.936606
48	0,948159	0,941291	0,937117
50	0,947415	0,940206	0,936234
52	0,945855	0,939775	0,935484
54	0.94517	0,939174	0,934772
56	0,944607	0.93857	0,934542
58	0.944331	0,938361	0,934825
60	0,943501	0,938177	0,934065
62	0,942779	0,937704	0,933853
64	0,942117	0,937109	0,933192
66	0,941797	0,937489	0,933978
68	0,941324	0,936746	0,933112
70	0,94035	0,93563	0,932142
72	0,939857	0,934858	0,931641
74	0,9393	0,93525	0,931815
76	0,939345	0,935976	0,932121
78	0,938548	0,935194	0,931617
80	0,938613	0,934835	0,931379
85	0,936539	0,933051	0,929629
90	0,935648	0,933123	0,929778
95	0,935082	0,93251	0,929076
100	0,934293	0,932136	0,928869
110	0,932668	0,930808	0,927481
120	0,930651	0,929201	0,926104

TABLA 5.14 Admisible de diseño B. Valores de P<sub>B</sub>

A partir de la información recogida en las tablas anteriores se han ajustado funciones empíricas de la forma:

$$P = M_1 + M_2 \cdot \exp(n^{-M_3})$$
 (5.41)

El resultado para los dos admisibles de diseño se muestra en las tablas (5.15) y (5.16). Tal como se puede observar por el coeficiente de correlación el ajuste es suficientemente preciso para permitir emplear las funciones en sustitución de las tablas.

Método	M <sub>1</sub>	<b>M</b> <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	R
1	0,2758	0,2685	0,0030	0,9991
2	0,4777	0,1928	0,0028	0,9981
3	0,9766	0,0103	0,1250	0,9992

TABLA 5.15 Ajuste empírico de P<sub>A</sub> en función del tamaño de muestra

TABLA 5.16 Ajuste empírico de P<sub>B</sub> en función del tamaño de muestra

Método	M	<b>M</b> <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	R	
1	-1,3102	0,8651	0,0106	0,9980	
2	0,8132	0,0840	0,2227	0,9977	
3	0,8070	0,1003	0,3529	0,9914	



Figura 5.8. Ajuste de PB calculado mediante el método de máxima verosimilitud en función del tamaño de muestra.

# 5.5 TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DE LOS ENSAYOS DE FLEXIÓN

#### 5.5.1 INTRODUCCIÓN

En este apartado se aplica la distribución de Weibull a los resultados obtenidos de los ensayos de flexión tanto en condiciones estáticas como dinámicas, para los tres materiales fabricados. Para la estimación de los parámetros se ha recurrido al método de máxima verosimilitud, este método es el recomendado en la norma ASTM C1239-94a.

### 5.5.2 ESTIMACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE LA DISTRIBUCIÓN

Inicialmente se ha ajustado una distribución de Weibull sobre los resultados de los ensayos de flexión para la alúmina monolítica empleando probetas normalizadas. Se han combinado los 40 ensayos realizados. El valor obtenido para el módulo de Weibull es 9,15, y para la resistencia característica de 318,95 MPa. En la figura 5.9 se representa el valor de probabilidad asociado a la distribución experimental y el ajuste mediante una distribución de Weibull de dos parámetros.



Figura 5.9. Ajuste de una distribución de Weibull de dos parámetros. Ensayo de flexión estática. Material Z0. Probetas normalizadas.

También se han analizado estadísticamente los resultados de los ensayos de flexión realizados sobre probetas no normalizadas. En la tabla (5.17) se presentan, para los tres materiales desarrollados, los valores de los parámetros de la distribución de Weibull correspondientes a los ensayos de flexión estática, y en la tabla (5.18) los correspondientes a los ensayos de flexión dinámica. En las mismas tablas se han incluido los extremos de los intervalos de confianza del 95% estimados mediante las funciones de ajuste definidas en el apartado 5.3.4.

Ensayos de flexión estática					
Material	m	$\sigma_{o}$			
		( MPa )			
Z0	11,95 > 11,59> 6,89	232,65 >213,33> 202,47			
Z1	6,90 > 4,21 > 2,50	390,93 > 307,88 > 266,63			
Z2	5,301 > 5,15 > 3,06	403,81 >332,22>295,38			

 TABLA 5.17 Parámetros de la distribución de Weibull

Ensayos de flexión dinámica					
Material	m	$\sigma_{o}$			
		(MPa)			
ZO	9,318 > 9,038 > 5,378	263,560 > 235,831 > 220,557			
Z1	5,85 > 5,67 > 3,37	381,68 > 319,70 > 287,34			
Z2	3,61 > 3,50 > 2,08	522,72 > 391,92 > 329,72			

TABLA 5.18 Parámetros de la distribución de Weibull

Como se observa el módulo de Weibull disminuye al incrementar el porcentaje de circona, tanto en los ensayos estáticos como dinámicos. Esto implica que la dispersión de resultados de los ensayos aumenta.

142



Figura 5.10. Variación de módulo de Weibull con el porcentaje de circona.



Figura 5.11. Variación de la resistencia característica con el porcentaje de circona.

#### 5.5.3 ADMISIBLES DE DISEÑO

Se ha calculado los admisibles de diseño para los tres materiales y empleando los tres métodos de estimación. En las tablas 4.20 y 4.21 se muestran los admisibles correspondientes a los ensayos estáticos, y en las 4.22. y 4.23.

AnterialMétodo 1Método 2Método 3						
ZO	104	117	118			
Z1	43	58	61			
Z2	67	86	88			

TABLA 5.19 Admisible de diseño A

#### TABLA 5.20 Admisible de diseño B

Ensayo de flexión estática						
Material	Método 1	Método 2	Método 3			
· Z0	144	152	152			
Z1	103	120	122			
Z2	136	154	156			

#### TABLA 5.21 Admisible de diseño A

Ensayo de flexión dinámica						
Material	Método 1	Método 2	Método 3			
Z0	95	109	111			
Z1	75	93	96			
Z2	37	53	56			

#### TABLA 5.22 Admisible de diseño B

Ensayo de flexión dinámica					
Material	Método 1	Método 2	Método 3		
Z0	142	152	153		
Z1	142	159	161		
Z2	106	126	129		

# 6. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### RESUMEN

En este capítulo se analizan los resultados obtenidos en los ensayos de flexión, tanto estáticos como dinámicos.

En primer lugar se comparan las propiedades mecánicas de la alúmina monolítica según el procedimiento desarrollado en esta Tesis Doctoral con los valores encontrados en la bibliografía.

Tras comprobar que la calidad del material desarrollado es comparable al obtenido con otros procedimientos más complejos y costosos, se analiza el efecto de la velocidad de deformación en sus propiedades en flexión

Tras analizar dicho efecto se considera la influencia del porcentaje de circona tanto en condiciones dinámicas como estáticas. En todos los casos se ha realizado un tratamiento estadístico de los resultados mediante la distribución de Weibull de dos parámetros.

## 6.1 ENSAYO DE FLEXIÓN ESTÁTICA

#### 6.1.1 COMPORTAMIENTO EN FLEXIÓN DE LA ALÚMINA MONOLÍTICA

Un primer indicio sobre la calidad de la alúmina fabricada a lo largo de este trabajo podría inferirse tras la comparación de sus propiedades con datos encontrados en la bibliografía. Para realizar la comparación sería necesario que los ensayos se hubiesen realizado en las mismas condiciones y, en particular, sobre probetas del mismo tamaño. Por ello, los únicos valores que se pueden comparar son los referidos a la alúmina monolítica aquí fabricada y no los correspondientes a los CMC's, dado que, en estos últimos, se han utilizado tamaños de probetas no normalizados.

En cuanto a lo que se refiere a densidades, la alúmina monolítica fabricada en esta Tesis Doctoral resultó poseer una densidad de 3793±33 kg/m<sup>3</sup>, que corresponde a un grado de densificación del 96% respecto de la densidad teórica. La resistencia mecánica a flexión estática, determinada mediante un ensayo normalizado, fue de 289±41 MPa.

Los valores de resistencia mecánica a flexión que se pueden encontrar en la bibliografía presentan una gran variación, dependiendo del nivel de pureza de la alúmina y del proceso de fabricación utilizado.

Para una alúmina de un nivel de pureza del 99,9%, similar al del material empleado en esta tesis, la resistencia puede variar entre 282 y 551 MPa, para densidades comprendidas entre 3960 y 3990 kg/m<sup>3</sup>, desconociéndose el método de ensayo y el método de fabricación empleados en ese caso (Bauccio, 1994). Como puede comprobarse, el valor obtenido de la resistencia a flexión del material fabricado en esta tesis, a pesar de que su nivel de porosidad es mayor, está dentro del intervalo anterior, aunque se encuentra muy próximo al límite inferior de dicho intervalo.

Otros autores empleando el método de fabricación de compresión en caliente, han encontrado valores de la resistencia mecánica a flexión inferiores a todos los anteriores - en concreto 200 MPa- utilizando probetas no normalizadas de 5x5x35 mm, que resultan ser ligeramente mayores que las probetas normalizadas (Grigoryev *et al*, 1994).

Para una alúmina de alta densidad (99%), fabricada empleando un proceso que combina una compresión uniaxial a 50 MPa con una compresión isostática a 800 MPa, se alcanza una resistencia mecánica que varía entre 224 y 461 MPa (Seidel *et al*, 1995). Esta fuerte dispersión se debe a diferencias en el tamaño de grano del material. En este caso tampoco se emplearon probetas normalizadas ya que su tamaño era 4x5x40 mm.

La resistencia mecánica de otra alúmina de densidad de 3850 kg/m<sup>3</sup> variaba entre 200 y 250 MPa; para estas medidas se emplearon probetas muy pequeñas de 25 mm de luz (Ranjbar *et al*, 1993).

Los resultados de resistencia a flexión obtenidos en esta tesis también son comparables a los de las alúminas comerciales. Así, la resistencia mecánica (ver Yang *et al*, 1990), proporcionada por el fabricante de la alúmina Coors AD 995, del 99,5% de pureza y con una densidad de 3890 kg/m<sup>3</sup>, es de 379 MPa, desconociéndose el procedimiento de fabricación. Otra alúmina comercial (Demarquest) de alta pureza, 99,7%, y 3800 kg/m<sup>3</sup> de densidad, presenta una resistencia de 250 MPa, (ver Pastor *et al*, 1994).

El módulo de elasticidad encontrado para la alúmina fabricada con el proceso desarrollado en esta tesis resultó ser de  $279\pm19$  GPa. Este valor se ha estimado empleando las fórmulas de la Resistencia de Materiales, a partir de la medida de la flecha de la probeta mediante un extensómetro LVDT de 2,5 mm de rango. Este módulo de elasticidad es ligeramente más bajo que el encontrado en la bibliografía (366-393 GPa, (Bauccio, 1994)). También se ha calculado el módulo de elasticidad, para el material fabricado, empleando métodos ultrasónicos a partir de las velocidades de propagación de las ondas elásticas longitudinales, C<sub>L</sub>, y transversales, C<sub>T</sub>. En este caso el valor es mayor que el anteriormente deducido, y comparable al referido por Bauccio, 1994, tal como se puede observar en la tabla 6.1.

Material Z0 Probetas de ∅55 mm						
$C_L$ $C_T$ $G$ $K$ $E$ $\nu$						
10402±55 6267±21 151±1 215±4 368±2 0.215±0.005						

TABLA	6.1	Constantes el	ásticas y ve	locidades de	propagación	de las ondas
-------	-----	---------------	--------------	--------------	-------------	--------------

Los valores de dicha tabla corresponden a la media y la desviación típica, obtenidos en 10 ensayos sobre probetas de 55 mm de diámetro fabricadas mediante el útil de compactación de acción simple. También se planificaron las superficies de las probetas para facilitar la colocación de los palpadores.

Los valores de resistencia mecánica y módulo de elasticidad encontrados con probetas del material aquí fabricado, pero de un tamaño superior al normalizado (10x10x55 mm), resultaron ser de 205±20 MPa y 123±11 GPa, respectivamente, valores que son inferiores a los medidos en el caso de emplear probetas normalizadas. Este resultado puede explicarse debido a que, en probetas de mayor tamaño, la probabilidad de existencia de defectos es mayor. Otra razón que explica los bajos valores de resistencia es el acabado superficial de las probetas utilizados.

Los ensayos normalizados se realizaron sobre probetas mecanizadas y con una geometría ajustada, mediante rectificado, incluido el chaflán recomendado en la normativa. En cambio las probetas no normalizadas se ensayaron en el estado tal y como fueron fabricadas, presentando pequeñas variaciones dimensionales y defectos de borde. Sin embargo, los valores de resistencia para las probetas no normalizadas son similares a los encontrados en la bibliografía para probetas de tamaño semejante (Grigoryev *et al*, 1994).

El bajo valor de módulo de elasticidad encontrado en probetas no normalizadas se debe al método utilizado para su medida ya que, para conseguir una estimación más correcta con el método empleado, hubiese sido necesario determinar, con gran precisión, la flecha de la probeta. Además, estas probetas tienen un gran espesor, lo que se traduce en una deflexión muy pequeña, difícil de medir con precisión con el extensómetro LVDT del que se disponía. Como resumen se puede concluir que el material fabricado presenta unas propiedades similares a las encontradas por otros investigadores empleando procesos de fabricación mucho más complejos. El tratamiento estadístico de los resultados de los ensayos realizados también muestra un material comparable (valor del módulo de Weibull y resistencia característica) con alúminas de igual densidad.

#### 6.1.2 COMPORTAMIENTO EN FLEXION DEL CMC (ALUMINA/CIRCONA)

La resistencia mecánica y el módulo de elasticidad en flexión de la alúmina aumentan cuando se añade como segunda fase partículas de circona. Para un porcentaje del 30% en peso la primera aumenta en un 49% y en un 35% el segundo. El aumento de la resistencia no es tan elevado en comparación con el conseguido por otros autores (88÷110%, sobre el valor correspondiente a la alúmina monolítica, empleando un 20% de circona (Ranjbar *et al*, 1993), o de hasta un 300%, como recoge Grigoryev *et al*,1994, para un porcentaje de circona del 30%). Sin embargo, en todas las referencias citadas, se emplearon procesos de fabricación mucho más complejos en relación al aquí propuesto, en los que se consigue una alta dispersión de forma homogénea del refuerzo en la matriz, empleando procesos de mezclado químicos, compresión isostática en caliente o compresión en caliente.

Las probetas empleadas en los ensayos de esta tesis fueron fabricadas en tres series diferentes. Tal como se observa en las tablas 4.4 y 4.5 existe una mayor dispersión en los valores de resistencia mecánica y módulo de elasticidad de la alúmina reforzada en las tres series respecto a los medidos en la alúmina monolítica. En este caso la variación de resistencia es únicamente del 7% entre series extremas. En cambio, para el material Z2, es del 12%, y, para el material Z1, del 48%. En el caso de la alúmina monolítica la dispersión es del mismo orden que la variación mostrada por la desviación típica dentro de una misma serie pero, en la alúmina reforzada, es mayor. Estas diferencias se deben a variaciones en el proceso de dispersión de la segunda fase en la matriz de una serie a otra. El material de cada serie fue preparado en diferentes partidas, dado que el mezclador disponible sólo permitía el mezclado de pequeñas cantidades, lo que obligó a la fabricación del material en varias series separadas en el tiempo.

Se ha encontrado que el incremento en el porcentaje de circona origina una disminución del módulo de Weibull. Este resultado está en contradicción con el resultado general que indica que un aumento en ductilidad, lo cual ocurre en el material desarrollado, implica un aumento del valor del módulo de Weibull

,

### 6.2 ENSAYO DE FLEXIÓN DINÁMICA

#### 6.2.1 INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN

Para investigar la influencia de este parámetro, se realizaron ensayos a baja y media velocidad de deformación. A baja velocidad, se emplearon cuatro valores comprendidos entre 1 y  $75 \cdot 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>, los cuales pueden ser alcanzados en una máquina universal de ensayo. Para este intervalo no existe una influencia significativa de la velocidad de deformación en la resistencia mecánica a flexión. El módulo de elasticidad parece disminuir al aumentar la velocidad de deformación. Sin embargo la dispersión de resultados no permite obtener una conclusión firme.

Para velocidades medias, se observa un ligero aumento, respecto a las condiciones estáticas, de la resistencia mecánica para velocidades de deformación en torno a 15 s<sup>-1</sup>. Este fenómeno se produce para los tres materiales fabricados en esta Tesis Doctoral, tal como se puede observar en la tabla 6.2, siendo más acusado para el material Z2.

Material	Incremento %
ZO	9,8
Z1	6,1
Z2	15,0

TABLA 6.2 Diferencia entre la resistencia mecánica en flexión dinámica y estática

Sin embargo este aumento está dentro de la variación mostrada por la desviación típica de los resultados, por lo que no se puede extraer conclusiones definitivas. Para aclarar este extremo, sería necesario realizar un mayor número de ensayos a diferentes velocidades y una mayor cantidad de ensayos en las mismas condiciones.

#### 6.2.2 COMPORTAMIENTO EN FLEXION DEL CMC (ALUMINA/CIRCONA)

En el ensayo de flexión dinámica sólo se ha podido determinar la carga y la energía de rotura, no siendo posible medir con precisión el módulo de elasticidad por medio de la medida de la flecha.

La resistencia mecánica en flexión dinámica, en probetas de 5x5x55 mm, es de 224±28 MPa para la alúmina monolítica. Esta resistencia se incrementa en un 57% al añadir un 30% de circona.

Aunque el valor absoluto del módulo de elasticidad no tiene ninguna validez, se ha estimado para permitir obtener relaciones cualitativas entre la alúmina monolítica y la reforzada. Para un 30% de circona dicho módulo aumenta en un 36% respecto al de la alúmina monolítica, siendo la variación semejante a la obtenida en condiciones estáticas.

La energía absorbida por la alúmina monolítica es muy baja, resultando una resiliencia de 1083 J/m<sup>2</sup>. Esta propiedad aumenta en un 94% al añadir un 30% de circona.

# 7. CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS

### 7.1 CONCLUSIONES

Las principales conclusiones del trabajo realizado en la presente tesis doctoral se encuentran recogidas a continuación:

- Se ha conseguido desarrollar un procedimiento de fabricación aplicable a materiales compuestos de matriz cerámica y refuerzo cerámico en forma de partículas de tipo óxido, de gran sencillez y de bajo coste que, sin embargo, permite fabricar materiales cuyas propiedades mecánicas pueden competir con las de los obtenidos con otros métodos de fabricación más complejos y caros.
- Empleando este procedimiento se han fabricado materiales compuestos de matriz alúmina reforzados con dos porcentajes de circona, el 15 y el 30% en peso. Estos materiales han sido ensayados a flexión, tanto en condiciones estáticas como dinámicas, consiguiéndose para un porcentaje del refuerzo del 30%, aumentos de la resistencia mecánica, respecto al correspondiente a la alúmina en su forma monolítica, del 49% para el valor estático y del 57% para el dinámico. El módulo de elasticidad se incrementa en un 36% en ambos casos. El aumento en la resiliencia debido a la presencia de 30% de circona, obtenido del ensayo de flexión dinámica, está en torno al 94%.
- Los ensayos de flexión realizados sobre la alúmina monolítica a diferentes velocidades de deformación no muestran una influencia apreciable de este parámetro en las propiedades mecánicas, para las velocidades alcanzables en una máquina universal de ensayos. La influencia para velocidades de deformación medias alcanzables en un péndulo Charpy, es un ligero aumento en la resistencia mecánica en flexión, aproximadamente del 10%.
- Se ha realizado un estudio estadístico sistemático de los estimadores de los parámetros de la distribución de Weibull de dos parámetros y sus percentiles. Se han propuesto funciones de ajuste de las variables que describen el comportamiento de dichos estimadores que permiten obtener, de una forma rápida y eficaz, sus intervalos de confianza. Este análisis se ha aplicado a la interpretación de los resultados experimentales de esta tesis

#### 7.2 TRABAJO FUTURO

Partiendo de los resultados obtenidos en este trabajo de Tesis Doctoral se proponen las siguientes líneas de investigación a desarrollar en futuros trabajos.

- Se debe continuar el desarrollo del proceso de fabricación, perfeccionando la fase de mezclado, diseñando un mezclador de gran capacidad, y mejorando la fase de sinterizado empleando un horno con atmósfera controlada, aunque estas acciones tendrían como consecuencia un aumento del coste y de complejidad del proceso de fabricación. Con estas modificaciones se podrían emplear otros tipos de refuerzo, tales como carburos o nitruros.
- El proceso de compactación del material ha sido analizado mediante modelos empíricos simples. Estos estudios deberían ser complementados con modelizaciones más complejas basadas en la Mecánica de los Materiales Granulares.
- La caracterización mecánica de los materiales fabricados debe continuarse, realizandose ensayos de compresión y tracción, tanto estáticos y dinámicos. Además, convendría realizar ensayos de flexión a velocidades de deformación más altas que las alcanzadas en este trabajo, utilizando para ello un dispositivo de barra Hopkinson modificado al efecto. Es también necesario analizar el comportamiento en fractura a diferentes velocidades de deformación de estos materiales.
- Se propone realizar un estudio, empleando los resultados obtenidos tras el análisis estadístico realizado en esta tesis, de la influencia de la microestructura en los parámetros de la distribución de Weibull. En el mismo se analizarían parámetros tales como el tamaño de grano, la porosidad y el porcentaje de refuerzo.

158

# 8. BIBLIOGRAFÍA

Adams, M., Sines, G., (1976) "Methods for determining the strength of brittle materials in compressive stress states", *Journal of Testing and Evaluation*, **4**, (6), 383-396.

Amateau, M.F., Conway, J.C. y Bhagat, R.B., (1993) "Ceramic composites: Design, manufacture and performance", *Proceeding of International Conference of Composites Materials. Madrid*, 23-31.

Andrades, L., Bravo-León, A., Jiménez-Melendo, M., Domínguez-Rodríguez, A., (1995) "High temperature deformation of fine-grained Yttria-stabilized Zirconia reinforced with Al2O3 platelet", *Journal de Physique III*, **11**, 1841-1847.

Arato, P., (1996) Comment on "Dependence of ceramics fracture properties on porosity", *Journal of Materials Science Letters*, **15**, 32-33.

Baldoni, J.G., Buljan, S.T., (1988) "Ceramics for machining", Ceramic Bulletin, 67, (2), 381-387.

Barbero, E, Fernández-Sáez, J y Navarro, C. "On the estimation of percentiles of the Weibull distribution", aceptado para su publicación en el *Journal of Materials Science Letters*.

Barclay, S.J., Fox, J.R. y Bowen, H.K., (1987) "Processing of pressureless-sintered SiC whisker-reinforced Al2O3 composites", *Journal of Materials Science*, **22**, 4403-4406.

Basu., D., Mukherjee, S. Y Phani, K.K., (1996) "Non-destructive characterization of Zirconia-toughened alumina ceramics using ultrasonics", *Journal of Materials Science*, 31, (4), 1021-1026.

Bauccio, M.L., (1994) "Ceramic matrix composites", *Engineered Materials Reference Book*, ed. ASM International, 163-179. Becher, P. F., Rose, L.R.F:, (1994) "Toughening mechanism in ceramic systems", *Materials Science and Technology. Structure and Properties of Cereamics*, **11**, editor: Swain, M.V., ed. VCH, 409-458.

Becher, P.F., Begun, G., Funkenbush, E.F., (1988) "Transformation-toughening behavior in ceramic", (24B), *Advanced in Ceramic. Science and Technology of Zirconia III*, ed. American Ceramic Society, 645-651.

Beesley, C.P, (1997) "The application of CMC's in high integrity gas turbine engines", *Key Engineering Materials*, **127-131**, ed. Trans Tech Publications, 165-174.

Belmonte, M., (1995) "Materiales cerámicos compuestos de Al2O3 reforzados con plaquetas", *Tesis Doctoral*, Universidad Autonoma de Madrid.

Bergman, B., (1986) "Estimation of Weibull parameters using a weight function", *Journal* of Materials Science Letters, 5, 611-614.

Berry, K. A., Harmer, M. P., (1986) "Effect of MgO solute on microstructure development in Al2O3", *Journal of the American Ceramic Society*, **62**, (2), 143-149.

Bhola, R., Das Gupta, S. Y Jacobs, J.K., (1996) "Ceramic Cutting Tools Inserts", *Application of Advanced Materials in a High-Tech Society I*, ed. Trans Tech Publications, 235-246.

Birchall, J.D., Stanley, D.R.; Mockford, M.J.; Pigott, G.H. y Pinto, P.J., (1988) "Toxicity of silicon carbide whiskers", *Journal of Materials Science Letters*, 7, 350-352.

Bloyce, D.M., Ham-Su, R., Plucknett, K.P. y Wilkinson, D.S., (1993) "Tape Casting of SiC platelet reinforced alumina", **38**, *Advances in Ceramic-Matrix Composites. Ceramic Transaction*, 67-78.

Bortzmeyer, D., (1995) "Dry pressing of ceramic powder", *Ceramic processing*, editor: Terpstra, R.A., Pex, P.P.A.C. y de Vries, A.H., ed. Chapman and Hall.

Boutz, M.M.R., Janssen, R. y Claussen N., (1995) "Hot and sinter forging of zirconia dispersed alumina produced by reaction bonding", *Proceeding of ICCM-10*, **4**, editor: Poursartip, A. y Street, K., ed. Woodhead Publishing Limited, 577-584.

Buljan, S-T., Pasto, A. E. y Kim, H. J., (1989) "Ceramic whiskers- and particulatecomposites: Properties, reliability, and applications", *Ceramic Bulletin*, 68, (2), 387-394.

Cantwell, W.J., Morton, (1991) "The impact resistence of composite materials. A review", *Composites*, **22**, (5), 347-362.

Celemín, J.A., Pastor, J. Y.; Llorca, J. y Elices, M., (1996) "Análisis micromecánico de la degradación a 1200°C de un material compuesto SiC<sub>f</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>", XIII encuentro del grupo español de fractura y III jornadas ibéricas de fractura, **13**, Anales de Mecánica de la fractura, **13**, ed. Secretaría del grupo español de fractura, 254-259.

Chawla, K.K., (1993) "Ceramic Matrix Materials", *Ceramic Matrix Composites*, ed. Chapman & Hall, 11-125.

Chediak, J.A., (1996) "Ceramic engineers in the 21st", Ceramic Bulletin, 75, (1), 52-55.

Chou, Y.S., Green, D.J., (1993) "Silicon carbide platelet/alumina composites: I", *Journal* of the American Ceramic Society, **75**, (12), 3346-3352.

Chou, Y.S., Green, D.J., (1994) "Processing and mechanical properties of a silicon carbide platelet/alumina composite", *Journal of the European Ceramic Society*, **14**, 303-311.

Coble, R. L., (1962) "Sintering alumina; Effect of atmospheres", *Journal of the American Ceramic Society*, **45**, (3), 123-127.

Cooper, A.R., Eaton, L.E., (1962) "Compaction behavior of several ceramic powder", Journal of the American Ceramic Society, 45, (3), 97-101.

Dey, S., Shetty, D.K., (1993) "Processing and characterization of alumina (platelet) reinforced Y-TZP (matrix) composites", **38**, *Advances in Ceramic-Matrix Composites*. *Ceramic Transaction*, 461-471.

Duan, K., Mai, Y-W. y Cotterell B., (1993) "Resistance to crack propagation in an Al2O3/ZrO2 ceramic ", *Science and technology of Zirconia V. Structures and properties of composites*, **13**, editor: Chow, T.W., 482-492.

Erauzkin, E., Gutiérrez, M. y Llorca, J., (1996) "Mechanical properties of ceramic-matrix composites for aeroengine applications", *CMMC 96*, **1**, editor: Fuentes, M., Martinez-Esnaola, J.M. y Daniel, A.M., ed. Trans Tech Publications, 761-768.

Evans, K.A., (1996) "The manufacture of alumina and its use in ceramic and related applications", *Key Engineering Materials*, **122-124**, editor: Trans Tech Publications, 489-526.

Faber, K.T. y Evans, A.G., (1983) "Crack defletion processes-1: Theory", Acta Metallurgica, **31**, (4), 564-584.

Fantozzi, G., Olagnon, C., (1993) "Ceramic matrix composites", *Materials Science and technology. Structure and properties of composites*, **13**, editor: Cahn, R.W., Haasen, P. y Kramer, E.J., ed. VCH, 183-236.

Faucher, B., Tyson, W. R., (1988) "On the determination of Weibull parameters", *Journal* of Materials Science Letters, 7, 1199-1203.

Fernández, J., Chao, J.; Durán, J. y Amo, J. M., (1993) "Estimating lower-bound fracture parameters for brittle materials", *Journal of Materials Science Letters*, **12**, 1493-1496.

Foster, J., (1996) "Ceramic applications for wear protection of pipe lines and cyclones", *Key Engineering Materials*, **122-124**, ed. Trans Tech Publications, 247-278.

Frey, R.G., Halloran, J.W., (1984) "Compaction behavior of spray-dried alumina", *Journal* of American Ceramic Society, 67, (1), 199-203.

Galassi, C., Biasini, V. Y Guicciardi, S., (1993) "Correlation between casting parameters and Mechanical Properties of an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> composite", *Journal of the European Ceramic Society*, **12**, (6), 441-448.

Geiger, Greg, (1991) "Progress continues in composite technology", *Ceramic Bulletin*, **70**, (2), 212-218.

Grigoryev, O. N., Firstov, S. A.; Babiy, O.A. y Orlovskaya, N.A., (1994) "Effect of zirconia (3 mol% yttria) additive on mechanical properties and structure of alumina ceramics", *Journal of Materials Science*, **29**, 4633-4638.

Heuer, A. H., (1979) "The role of MgO in the sintering of alumina", Journal of the American Ceramic Society, 62, (5-6), 317-318.

Holmquist, M., Kristofersson, A., Lundberg, R. y Adlerborn, J., (1997) "Hot Isostatically Preseed Silicon Carbide Fibre/Mullite Composites", *Key Engineering Materials*, **127-131**, 239-246.

Homny, J., Vaughen, W.L. y Ferber, M.K., (1987) "Processing and mechanical properties of SiC-whiskers-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-matrix composites", *Ceramic Bulletin*, **67**, (2), 333-338.

Kalindi, S.R., Abusafieh, A. Y El-Danaf, E., (1997) "Accurate characterization of machine compliance for simple compression testing", *Experimental mechanics*, **37**, (2), 210-215.

Kalthoff, J.T., Takashi, S., (1991) "On the measurement of the impact energy of ceramics at different loading rates in instrumented impact test", *Soviet Materials Science*, **27**, (6), 547-551.

Kellet, B.J., Lange, F.F., (1986) "Hot forging characteristic of fine.grained ZrO2 and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub> Ceramics", *Journal of American Ceramic Society*, **69**, (8), C172-c173.

Khalili, A., Kromp, K., (1991) "Statistical properties of Weibull estimators", *Journal of Materials Science*, **26**, 6741-6752.

Kingery, W.D., (1980) "Social need and ceramic technology", *Ceramic Bulletin*, **59**, (6), 598-600.

Kishi, T., (1991) "Dynamic fracture toughness in ceramic and ceramic matrix composites", *Engineering fracture toughness in ceramics and ceramic matrix composites*, **40**, (4-5), 785-790.

Lange, F.F., (1982) "Transformation toughening", *Journal of Materials Science*, 17, 225-234.

Langlois, R., (1991) "Estimation of Weibull parameters", Journal of Materials Science Letters, 10, 1049-1051.

Lee, W.E., Rainforth, W.M., (1994) "Ceramic microstructures. Property control by processing", *Ceramic microstructures. Property control by processing*, ed. Chapman & Hall, 509-510.

Levine, S. R., Herbell, T. P., (1987) "Aerospace Applications", *Engineered Materials Handbook. Ceramic and Glasses*, **4**, ed. ASM International, 1004-1005.

Lewis, W.A., (1996) "Dry pressing technical ceramics", Ceramic Bulletin, 75, (4), 103-106.

Licciulli, A., De Riccadis, F., Quirini, A., Nannetti, C.A., Filacchioni, G., Pilloni, L., Botti, S., Ortona, A. Y Cammarota, A., (1997) "Preparation and characterization of SiC/C/SiC composites by hybrid wet/vapour processing", *Key Engineering Materials*, **127-131**, ed. Trans Tech Publications, 279-286.

Lukasiewicz, S., Reed, J.S., (1978) "Character and compaction response of spray-dried agglomerates", *Ceramic Bulletin*, 57, (9), 798-801.

Matchen, B., (1996) "Applications of ceramics in armor products", *Key Engineering Materials*, **122-124**, ed. Trans Tech Publications, 333-342.

Matsumoto, R.L.K., (1986) "Generation of powder compaction response diagrams", Journal of American Ceramic Society, 69, (10), C246-C247.

McEntire, B.J., (1987) "Dry Pressign", Engineered Materials Handbook. Ceramic and Glasses, 4, ed. ASM International, 141-146.

McHale, A. E., (1987) "Processing aditives", *Engineered Materials Handbook. Ceramic and Glasses*, 4, ed. ASM International, 115-121.

McCool, J. T. (1970) "", IEEE Transaction Reliability, 5, 2

Mecholsky, J.J., (1986) "Evaluation of mechanical property testing methods for ceramic matrix composites", *Ceramic Bulletin*, **65**, (2), 315-322.

Messing, G.L., Markhoff, C.J. y McCoy L.G., (1982) "Characterization of ceramic powder compation", *Ceramic Bulletin*, **61**, (8), 857-860.

Miranzo, P., Moya, J.S., (1986) "Reforzamiento por fibras cortas en materiales cerámicos monolíticos", *Anales de mecánica de fractura*, 207-212.

Moreno, R., Miranzo, P., Moya, J.S. y Requena, J.,(1993) "Microstructural and sintering behaviour of different alumina powders", *Euro Ceramic II*, 1,Ed. Zeigler y G. Hausner, H. Deutshe Keramishe Gesellschaff, 471-474.

Moya, J.S., (1994) "Fractura de materiales cerámicos", *Anales de mecánica de fractura*, **11**, 27-40.

Nanjangud, S.C., Brezny, R. y Green, D.J., (1995) "Strength and Young's modulus behavior of a partially sintered porous alumina", *Journal of American Ceramic Society*, **78**, (1), 266-268.

Neal, D., Vangel, M., (1987) "Statistical Analysis of mechanical properties", *Engineered Materials Handbook. Ceramic and Glasses*, **4**, ed. ASM International, 302-307.

Odriozola, A., Ochoa, I. Y Gutierrez, M., (1994) "Moldeo por inyección de cerámicas", Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, **33**, (5), 267-271.

Ogawa, K., Sugiyama, F., Pezzotti, G. Y Nishida, T., (1998) "Impact strength of continouscarbon-fiber-reinforced silicon nitride measured by using the split Hopkinson pressure bar", *Journal of American Ceramic Society*, **81**, (1), 166-172.

Okada, K., Sakuma, T., (1994) "Grain growth kinetics in ZrO<sub>2</sub>-dispersed Al<sub>2</sub>O3 ceramics", *British Ceramic Transactions*, **93**, (2), 71-74.

Park, Y.-K., Seo, K.-S., Park, S.-W. y Choi S.-C., (1998) "The fabrication and mechanical properties of toughened RBSC composites", *ICCE/5*, editor: Hui, D., 713-714.

Pastor, J.Y., Planas, J. y Elices, M., (1994) "Tenacidad de fractura en materiales cerámicos determinada a partir de impresiones vickers", *Anales de mecánica de la fractura*, **11**, 310-317.

Patchett, J.E., (1996) "The use of advanced ceramics in abrasive applications", Key Engineering Materials, 122-124, ed. Trans Tech Publications, 325-332.

Peterlik, H., (1995) "The validity of Weibull estimators", *Journal of Materials Science*, **30**, 1972-1976.

Petrovic, J.J., (1987) "Weibull Statistical Fracture Theory for the Fracture of Ceramics", *Metallurgical Transactions A*, **18A**, 1829-1834.

Porter, J.R., Lange, F.F. y Chojshi, A.H., (1987) "Processing and creep performance of SiC whisker reinforced Al2O3", *Ceramic Bulletin*, **66**, (2), 343-347.

Portu, de G., Fiori, C., Sbaizero, O., (1988) "Fabrication, microstructure, and properties of ZrO2-toughened Al2O3 substrates", **24B**, *Advanced in ceramic. Science and techonology of Zirconia III*, ed. American Ceramic Society, 1063-1073.

Quinn, G.D., Morrell, R., (1991) "Design data for engineering ceramics: a review of the flexure test", *Journal of American Ceramic Society*, **74**, (9), 3037-2066.

Ranjbar, K., Rao, B.T. y Mohan, T.R.R., (1993) Effect of zirconia allotropes on fracture toughness of  $\alpha$ -alumina, **38**, Advances in ceramic-matrix composites. Ceramic Transaction, 473-484.

Reed, J.S., (1995) Ceramic Processing, ed. Wiley & Sons, .

Rice, R.W., (1978) "Mechanisms of toughening in ceramics matrix composites", *Ceramic* engineering Science Proceeding, 661-711.

Riley, F.L., (1996) "Application of silicon nitride ceramics", *Key Engineering Materials*, **122-124**, ed. Trans Tech Publications, 479-488.

Rocco, C., Guinea, G.V., Planas, J. y Elices, M., (1995) "Variación de la resistencia a la tracción en el ensayo brasileño", *Anales de la mecánica de la fractura*, **12**, 227-232.

Rocco, C., Guinea, G.V., Planas, J. y Elices, M., (1996) "Ensayo brasileño: efecto tamaño y mecanismos de fractura", *Anales de la mecánica de la fractura*, **13**, 203-208.

Rodriguez, J., Navarro, C. y Sánchez-Gálvez V., (1994) "Splitting test: an alternative to determine the dynamic tensile strength of ceramic materials", *Journal de Physique*, **4**, C8-101-C8-106.

Sedlacek, R., Halden, F.A., (1962) "Method for tensile testing of brittle materials", *Review* of Scientific Instruments, **33**, (3), 298-300.

Seidel, J, Claussen, N y Rödel, J, (1995) "Reliability of Alumina Ceramics: Effect of Grain Size", *Journal of European Ceramic Society*, **15**, 395-404.

Sun, X., Yeomans, J.A., (1996) "Microstructure and fracture toughness of nickel particle toughened alumina matrix composites", *Journal of Materials Science*, **31**, (4), 875-880.

Thoman, D.R., Bain, L.J., (1969) "Inferences on the parameter of the Weibull distribution", *Technometrics*, **11**, (3), 445.

Timoshenko, S., (1982) Resistencia de Materiales, ed. Espasa Calpe.

Wei, G. C., Becher, P. F., (1985) "Development of SiC-whisker-reinforced ceramics", *Ceramic Bulletin*, 64, (2), 298-304.

Weibull, W, (1951) "A statistical Distribution Function of Wide Applicability", *ASME Journal of Applied Mechanics*, **18**, *Advanced Ceramic Materials*, editor: Mostaghaci, H., ed. Trans Tech Publications, 293-297.

Woetting, G., Lindner, H.A. y Gugel, E., (1996) "Silicon nitride valves for automotive engines", *Key Engineering Materials*, **122-124**, ed. Trans Tech Publications, 283-292.

Yang, K.-H., Kobayashi, A.S., (1990) "Dynamic fracture responses of alumina and two ceramic composites", *Journal of American Ceramic Society*, **73**, (8), 2309-2315.

Youshaw, R.A., Halloran, J.W., (1982) "Compaction of spray-dried powders", Ceramic Bulletin, 61, (2), 227-230.

Zielgler, G., Keuthen, M., Lücke, J. y Wroblewska, G.H., (1995) "Polymer-derived fiberreinforced ceramic matrix composites and CMC's produced by powder processing: State of the art and future aspects", *Proceeding of ICCM-10*, **4**, editor: Poursartip, A. y Street, K., ed. Woodhead Publishing Limited, 561-568. .

# ANEXO 1. RESULTADOS DE LOS ENSAYOS
. ) .

# A-1.1 ENSAYO DE FLEXIÓN ESTÁTICA

#### A-1.1.1 MATERIAL Z0



Figura A.1. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-05.





Figura A.2. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-07



Figura A.3. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-08.



Figura A.4. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-09



Figura A.5. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-10.



Figura A.6. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-11



Figura A.7. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-14.



Figura A.8. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-16.



Figura A.9. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-18.



Figura A.10. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-19.



Figura A.11. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-20.



Figura A.12. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-22.



Figura A.13. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-23.



Figura A.14. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-24



Figura A.15. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-26.

# A-1.1.2 MATERIAL Z1

Ensayo FE-Z1-01



Figura A.16. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-01

- 16



Figura A.17. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-02.



Figura A.18. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-03



Figura A.19. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-04.





Figura A.20. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-07



Figura A.21. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-08.



Figura A.22. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-09.



Figura A.23. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z0-10.



Figura A.24. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-11.



Figura A.25. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-12.



Figura A.26. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-14.



Figura A.27. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-15.



Figura A.28. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-16.



Figura A.29. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-17.



Figura A.30. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z1-18.

# A-1.1.3 MATERIAL Z2

### Ensayo FE-Z2-02



Figura A.31. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-02



Figura A.32. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-03.



Figura A.33. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-04.

Ensayo FE-Z2-06



Figura A.34. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-06.



Figura A.35. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-07.



Figura A.36. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-08.



Figura A.37. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-11.



Figura A.38. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-12.



Figura A.39. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-14.



Figura A.40. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-15.



Figura A.41. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-16.



Figura A.42. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-17.



Figura A.43. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-19.



Figura A.44. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-20.



Figura A.45. Curva fuerza-desplazamiento. Ensayo FE-Z2-21.

# A-1.2 ENSAYO DE FLEXIÓN DINÁMICA

#### A-1.1.4 MATERIAL Z0

#### Ensayo FD-Z0-01



Figura A.46. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-01.



Figura A.47. Curva energía-tiempo. Ensayo FE-Z0-03.







Figura A.49. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-05.









Figura A.51. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-07.



Figura A.52. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-08.



Figura A.53. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-10.









Figura A.55. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-12.



Figura A.56. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-16.



Figura A.57. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-19.



Figura A.58. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-20.





Figura A.59. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-21.



Figura A.60. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z0-23.

#### A-1.1.5 MATERIAL Z1



Figura A.61. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-01.



Figura A.62. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-02.



Figura A.63. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-03.



Figura A.64. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-05.



Figura A.65. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-06.



Figura A.66. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-07.





Figura A.67. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-08.



Figura A.68. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-12.



Figura A.69. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-13.


Figura A.70. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-14.



Figura A.71. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-15.



Figura A.72. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-16.



Figura A.73. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-18.



Figura A.74. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-20.





Figura A.75. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z1-21.

#### A-1.1.6 MATERIAL Z2

#### Ensayo FD-Z2-02



Figura A.76. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-02.



Figura A.77. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-04.



Figura A.78. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-06.



Figura A.79. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-07.



Figura A.80. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-08.



Figura A.81. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-09.



Figura A.82. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-10.



Figura A.83. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-11.



Figura A.84. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-12.



Figura A.85. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-14.



Figura A.86. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-15.



Figura A.87. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-17.



Figura A.88. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-18.







Figura A.90. Curva energía-tiempo. Ensayo FD-Z2-22.

# A-1.3 DATOS ENSAYO DE FLEXIÓN ESTÁTICA

#### **Material Z0**

Ensayo	Probeta	Fuerza	Tensión	Flecha	E
-		(N)	( MPa )	( mm )	(GPa)
FE-Z0-05	ALU0312	2668	187	0,054	126
FE-Z0-07	ALU0319	2991	207	0,070	107
FE-Z0-08	ALU0324	3311	235	0,068	127
FE-Z0-09	ALU0323	2490	175	0,056	115
FE-Z0-10	ALU0321	3114	221	0,066	123
FE-Z0-11	ALU0322	2746	195	0,061	117
FE-Z0-14	ALU0362	3370	240	0,062	143
FE-Z0-16	ALU0413	3030	221	0,064	129
FE-Z0-18	ALU0414	2730	199	0,055	134
FE-Z0-19	ALU0410	2780	196	0,055	132
FE-Z0-20	ALU0444	2850	206	0,064	120
FE-Z0-22	ALU0445	2874	210	0,066	119
FE-Z0-23	ALU0446	2077	153	0,042	134
FE-Z0-24	ALU0447	2685	197	0,064	114
FE-Z0-26	ALU0449	2368	169	0,060	105

TABLA A-1.1

#### Material Z1

**TABLA A-1.2** 

Ensayo	Probeta	Fuerza	Tensión	Flecha	E
		(N)	(MPa)	(mm)	(GPa)
FE-Z1-01	ALU0348	2550	199	0,051	147
FE-Z1-02	ALU0342	4460	342	0,082	157
FE-Z1-03	ALU0347	2560	192	0,052	137
FE-Z1-04	ALU0343	2050	158	0,041	142
FE-Z1-07	ALU0424	2470	194	0,051	144
FE-Z1-08	ALU0427	3480	277	0,071	150
FE-Z1-09	ALU0423	4000	316	0,074	160
FE-Z1-10	ALU0425	2220	176	0,050	136
FE-Z1-11	ALU0426	4220	334	0,079	162
FE-Z1-12	ALU0541	4041	340	0,072	186
FE-Z1-14	ALU0537	4362	367	0,083	173
FE-Z1-15	ALU0545	4787	387	0,077	194
FE-Z1-16	ALU0538	3886	323	0,068	186
FE-Z1-17	ALU0544	2626	206	0,049	157
FE-Z1-18	ALU0540	4336	365	0,078	183

## Material Z2

77					~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~
Ensayo	Probeta	Fuerza	Tension	Flecha	E
		(N)	(MPa)	(mm)	(GPa)
FE-Z2-02	ALU0325	3064	280	0,078	147
FE-Z2-03	ALU0332	3066	269	0,066	163
FE-Z2-04	ALU0337	3281	279	0,072	154
FE-Z2-06	ALU0334	4288	361	0,088	160
FE-Z2-07	ALU0330	3461	300	0,074	160
FE-Z2-08	ALU0335	3493	300	0,076	157
FE-Z2-11	ALU0459	2674	233	0,059	157
FE-Z2-12	ALU0460	2676	239	0,063	152
FE-Z2-14	ALU0462	3052	270	0,062	175
FE-Z2-15	ALU0463	4833	427	0,087	196
FE-Z2-16	ALU0480	3166	270	0,064	165
FE-Z2-17	ALU0481	4200	360	0,072	195
FE-Z2-19	ALU0483	4144	357	0,082	174
FE-Z2-20	ALU0484	4968	420	0,089	184
FE-Z2-21	ALU0485	2670	229	0,059	154

## TABLA A-1.3

# A-1.4 DATOS ENSAYO DE FLEXIÓN DINÁMICA

#### **Material Z0**

## TABLA A-1.4

Ensayo	Probeta	Fuerza	Tensión	Resiliencia	Flecha <sup>(1)</sup>	<b>E</b> <sup>(1)</sup>
		(N)	(MPa)	$(J/m^2)$	(mm)	(GPa)
FD-Z0-01	ALU0291	985	199	884	0,098	107
FD-Z0-03	ALU0318	3235	224	1136	0,093	83
FD-Z0-04	ALU0315	3755	264	1382	0,088	104
FD-Z0-05	ALU0317	2990	207	989	0,075	96
FD-Z0-06	ALU0314	3445	241	1254	0,079	105
FD-Z0-07	ALU0310	3225	233	464	0,045	180
FD-Z0-08	ALU0313	3805	269	1355	0,099	95
FD-Z0-10	ALU0420	2795	200	1068	0,104	67
FD-Z0-11	ALU0422	3335	241	1274	0,120	71
FD-Z0-12	ALU0418	2960	216	1288	0,135	56
FD-Z0-16	ALU0417	2710	195	1009	0,095	73
FD-Z0-19	ALU0452	3045	223	1162	0,087	91
FD-Z0-20	ALU0453	2810	201	864	0,084	84
FD-Z0-21	ALU0454	2540	180	837	0,085	74
FD-Z0-23	ALU0456	3615	263	1284	0,130	71

LEYENDA: (1) Valores aparentes

Ensayo	Probeta	Fuerza	Tensión	Resiliencia	Flecha <sup>(1)</sup>	E <sup>(1)</sup>
•		(N)	(MPa)	(J/m^2)	(mm)	(GPa)
FD-Z1-01	ALU0346	2760	214	713	0,0713	107
FD-Z1-02	ALU0349	4730	369	1593	0,0642	206
FD-01-03	ALU0344	3245	251	620	0,0526	171
FD-01-05	ALU0345	4930	373	1001	0,1629	81
FD-Z1-06	ALU0430	2500	199	1062	0,1212	59
FD-Z1-07	ALU0429	3520	277	1859	0,1068	94
FD-Z1-08	ALU0432	2560	210	1104	0,1191	65
FD-Z1-12	ALU0552	3925	317	1775	0,0857	135
FD-Z1-13	ALU0550	3490	276	1374	0,1069	93
FD-Z1-14	ALU0542	3675	307	2487	0,1184	95
FD-Z1-15	ALU0543	4380	358	2391	0,1047	125
FD-Z1-16	ALU0546	4585	371	2844	0,1095	123
FD-Z1-18	ALU0548	3715	302	1722	0,1149	96
FD-Z1-20	ALU0554	4465	364	2363	0,1053	126
FD-Z1-21	ALU0551	2910	234	990	0,0844	100

IADLAA	41.	4
--------	-----	---

LEYENDA: (1) Valores aparentes

## Material Z2

TABLA A1.5

Ensayo	Probeta	Fuerza	Tensión	Resiliencia	Flecha <sup>(1)</sup>	E <sup>(1)</sup>
		(N)	(MPa)	(J/m^2)	(mm)	(GPa)
FD-Z2-02	ALU0336	3720	316	2473	0.146	80
FD-Z2-04	ALU0329	3050	263	1304	0.096	102
FD-Z1-06	ALU0327	3190	276	1532	0.085	120
FD-Z2-07	ALU0328	4895	424	2884	0.125	127
FD-Z2-08	ALU0331	3755	325	1590	0.076	159
FD-Z2-09	ALU0464	3025	264	1348	0.084	118
FD-Z2-10	ALU0465	4430	387	2739	0.122	119
FD-Z2-11	ALU0466	2680	240	1023	0.081	112
FD-Z2-12	ALU0467	4895	440	3110	0.119	139
FD-Z2-14	ALU0469	2695	244	1111	0.085	108
FD-Z2-15	ALU0470	3975	360	2391	0.107	128
FD-Z2-17	ALU0488	5275	452	3563	0.133	126
FD-Z2-18	ALU0489	7075	609	4401	0.140	161
FD-Z2-20	ALU0491	5560	468	3919	0.139	125
FD-Z2-22	ALU0493	2645	225	1002	0.080	105

LEYENDA: (1) Valores aparentes

.

.

.

.

# ANEXO 2. PLANOS DEL UTILLAJE

# A-2.1 UTILLAJE DE COMPRESIÓN DE Ø13 mm DE DIÁMETRO



Figura A2.1. Despiece del útil de compactación uniaxial de acción simple. Diámetro interior 13 mm.

ţ

·







CILINDRO INFERIOR





Universidad Carlos III de Madrid Escuela Politecnica Superior								
Fecha	23-08-98	Dibujado	Enrique Barbero					
Escala	1:1	Material	Acero					
Designacion	Cilindros de compresion							





# A-2.2 UTILLAJE DE COMPRESIÓN DE Ø60 mm DE DIÁMETRO



Figura A2.2. Despiece del útil de compactación uniaxial de acción simple. Diámetro interior 60.

#### CILINDRO SUPERIOR











Universidad Carlos III de Madrid Escuela Politecniça Superior							
Fecha	22-08-98	Dibujada	Enrique Barbero				
Escala	1:2	Waterial	Acero				
Designacion	Cilindros de compresion						

.



ŧ



.

.

:



ν.


.

## A-2.3 UTILLAJE DE MATRIZ FLOTANTE



Figura A2.3. Despiece del útil prismático de matriz flotante.









Seccion A-F

•

,

•••



Seccion G-L

Universidad Carlos III de Madrid Escuela Politecnica Superior			
Fecha	23-08-98	Dibujado	Enrique Barbero
Escala	1:2	Material	Acero F-522
Designation	Base		

•

