

3.- Procedimiento Experimental

3.1.- INTRODUCCIÓN

En este capítulo del proyecto se describirán con detalle cada una de las tareas realizadas en el laboratorio. Partiremos de los datos procedentes de experiencias anteriores, realizadas en un proyecto anterior (Proyecto de Fin de Carrera de Juan Antonio Castillo Robles), en el que se realiza la toma de muestras de los polvos, medida de la porosidad y curvas de compresibilidad, por lo que la obtención de dichos datos no será objeto de estudio en el presente proyecto. No calcularemos, por tanto, las porosidades aparentes y de golpeo a partir de sus correspondientes densidades.

Conviene recordar que estamos tratando de representar la velocidad de deformación frente a la porosidad, no frente a la porosidad relativa como se había estado haciendo hasta ahora. De igual manera, la porosidad de golpeo será uno de los parámetros de ajuste, dado que se ha demostrado que su uso como valor fijo no proporciona buenos ajustes, por lo que dejando la porosidad de golpeo como variable es de esperar que el ajuste sea matemáticamente más viable. Después de realizar estos ajustes comprobaremos si los valores obtenidos para este parámetro son coherentes.

Vamos a obviar, además, los datos referentes a la obtención de las curvas de compresibilidad características para cada material, dado que, como se ha indicado, daremos por conocidos estos datos.

Nos centraremos, por tanto, en la obtención de las curvas de termofluencia mediante la realización de una serie de ensayos a compresión uniaxial en caliente, a través de un equipo específico, y tras un procesamiento de los datos brutos proporcionados por el programa asociado a la máquina de ensayo para el caso del plomo, y para el aluminio y el estaño tomaremos ensayos anteriores realizados mediante el mismo procedimiento, y los procesaremos de igual forma partiendo

directamente de los datos brutos y volviéndolos a procesar por completo para la obtención de nuevas curvas con un mejor ajuste.

Concretando, dicho proyecto presentará una primera fase de desarrollo en el laboratorio y una segunda de procesado de datos y ajustes. En la primera fase se realizarán una serie de ensayos para cada uno de los polvos y a partir de una serie de temperaturas y presiones. Dependiendo de la temperatura de fusión y del tipo de polvo el rango de temperaturas y de presiones es diferente para cada uno. En este proyecto se analizarán, por tanto, polvo de aluminio, polvo de estaño y polvo de plomo, todos puros. En las siguientes tablas se muestran las temperaturas y presiones con las que se van a trabajar en los ensayos del plomo, aluminio y estaño respectivamente.

T(°C) P(MPa)	25	40	55	70	85	100
3	A.1	B.1	C.1	D.1	E.1	F.1
5	A.2	B.2	C.2	D.2	E.2	F.2
7	A.3	B.3	C.3	D.3	E.3	F.3
11	A.4	B.4	C.4	D.4	E.4	F.4

Tabla 1. Ensayos de termofluencia para el plomo

T(°C) P(MPa)	150	200	250	300
20	A.1	B.1	C.1	D.1
40	A.2	B.2	C.2	D.2
60	A.3	B.3	C.3	D.3
80	A.4	B.4	C.4	D.4

Tabla 2. Ensayos de termofluencia para el aluminio

T(°C) P(MPa)	25	50	75	100
3	A.1	B.1	C.1	D.1
5	A.2	B.2	C.2	D.2
7	A.3	B.3	C.3	D.3
11	A.4	B.4	C.4	D.4

Tabla 3. *Ensayos de termofluencia para el estaño*

Para cada tipo de polvo, las temperaturas de trabajo y las presiones son diferentes.

Para el plomo tenemos una temperatura de fusión de $327.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y, considerando que el fenómeno de termofluencia aparecerá entorno a $0.4 T_f(K)$, es decir, $-32.8\text{ }^{\circ}\text{C}$, las temperaturas de trabajo para los ensayos de termofluencia a compresión uniaxial de polvos de aluminio van a ser 25, 40, 55, 70, 85 y $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. En cuanto a las presiones de trabajo, serán de 3, 5, 7 y 11 MPa , mayores que las del aluminio, por tratarse de un material con una ductilidad mayor, e iguales a las que se utilizarán para los ensayos del estaño.

La temperatura de fusión para el aluminio es de $660.4\text{ }^{\circ}\text{C}$, por lo que $0.4 T_f=100.36\text{ }^{\circ}\text{C}$, así que las temperaturas elegidas para los ensayos son 150, 200, 250 y $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, y las presiones 20, 40, 60 y 80 MPa .

Los ensayos con el estaño, por ser su temperatura de fusión es de $232\text{ }^{\circ}\text{C}$, la termofluencia aparecerá a partir de $0.4 T_f = -71\text{ }^{\circ}\text{C}$. Por este motivo las temperaturas de trabajo son 25, 50, 75 y $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Las presiones serán, al igual que con el plomo, 3, 5, 7 y 11 MPa .

Mediante el equipo disponible en el laboratorio (Máquina de ensayos Universal Instron 5505) y el software Merlín se realizarán cada uno de los ensayos. El parámetro más directo que obtendremos del programa será la

deformación ingenieril. A partir de ésta, se obtendrá la velocidad de deformación que se expresará en función de la porosidad, a través de una hoja de Excel. (Los pasos a seguir están descritos en el Apéndice).

3.2.- TOMA DE MUESTRAS REPRESENTATIVAS DE LOS POLVOS

En este apartado se explicará solo el procedimiento que se ha seguido para la obtención de la muestra representativa del polvo de plomo, puesto que las muestras de aluminio y estaño corresponden a ensayos anteriores. No obstante, el procedimiento es similar y puede ser consultado en la bibliografía.

Sabemos por dichos ensayos anteriores que la muestra representativa para realizar los ensayos corresponden a 10 g de estaño, por lo que debemos hallar los gramos correspondientes de plomo, conociendo las densidades de ambos materiales:

$$\begin{array}{l} \rho_{Sn} = 7.3 \text{ g/cm}^3 \\ \rho_{Pb} = 11.4 \text{ g/cm}^3 \end{array} \quad \left| \begin{array}{l} \longrightarrow \\ \longrightarrow \end{array} \right. \quad x_{Pb} = \frac{10 \cdot 11.4}{7.3} = 15.62 \text{ g}$$

Siendo x los gramos de plomo a considerar en cada ensayo.

Sabemos, pues, que si vamos a realizar 24 ensayos, necesitaremos un mínimo de 374,88 g de plomo, que almacenaremos en un bote de plástico marcado con su correspondiente identificación. La extracción se realizará mediante una cucharilla, ya que el polvo tiende a aglomerarse, por lo que el método de extracción a través de un tubo de vidrio (método utilizado para la extracción del aluminio) no es efectivo. En la siguiente imagen se muestran los útiles utilizados para ambos métodos:



Figura 3.1. Toma de muestras del Al (tubo de vidrio) y Sn y Pb (cucharilla)

3.3.- ENSAYO DE TERMOFLUENCIA A COMPRESIÓN UNIAXIAL

Para la realización del ensayo de termofluencia se ha empleado una máquina dinámica de ensayos INSTRON 5505, ver Figura 3.2, con una célula de carga de 100 kN , dotada de una cámara de temperatura.

El ensayo consiste en someter un agregado de polvo alojado en el interior de una matriz cilíndrica a una carga axial constante de compresión a través de un punzón. La duración del ensayo se ha fijado a 5 horas, y se requiere que la carga se alcance aproximadamente a los 2000 segundos para poder tener un tiempo experimental de termofluencia representativo. Para ello es importante la elección adecuada de la rampa de subida de la carga, ésta no debe ser muy rápida para evitar posibles fluctuaciones cuando se alcance la carga deseada. La velocidad de subida de la carga se ha tomado como 0.1, 0.2, 0.3 y 0.4 mm/min a medida que la presión aumenta, es decir, para el estaño y el plomo a 3 MPa y el aluminio a 20 MPa , 0.1 mm/min ; 0.2 mm/min para el estaño y el plomo a 5 MPa y el aluminio a 40 MPa , y así sucesivamente.

La máquina incorpora un software, denominado “Merlin”, de la propia empresa INSTRON. Merlin es un paquete de programas de ensayo de materiales diseñado para funcionar en el entorno de Microsoft Windows®.



Figura 3.2 *Máquina dinámica Instron 5505*

Merlin actúa como base de una serie de aplicaciones que ayudan a ensayar materiales y estructuras, y a recoger y analizar datos de los mismos. Se ejecuta en un ordenador conectado a través de una tarjeta digital de interfaz al bastidor INSTRON Serie 5500 de gran rigidez, que aplica las cargas del ensayo al punzón de la matriz. El programa de ensayo proporciona todas las opciones de

configuración, control, seguimiento y análisis del ensayo. Para entrar en el programa se selecciona el icono correspondiente a Merlin y luego aparece una ventana para elegir el método de ensayo. Para nuestro caso seleccionamos “fluencia-relajación con compresión en caliente”.

La pantalla de Merlin se divide en dos áreas principales, la consola y el área de trabajo. La consola ocupa la parte superior de la pantalla y comprende los iconos de configuración del equipo, los displays activos y la barra de menús. Contiene todos los controles y lecturas de salida que se requieren para configurar el equipo de ensayo y monitorizar los ensayos. El área de trabajo ocupa el resto de la pantalla y en ella se recogen datos de los ensayos, resultados y gráficas. La Figura 3.3 muestra las dos áreas de la pantalla.

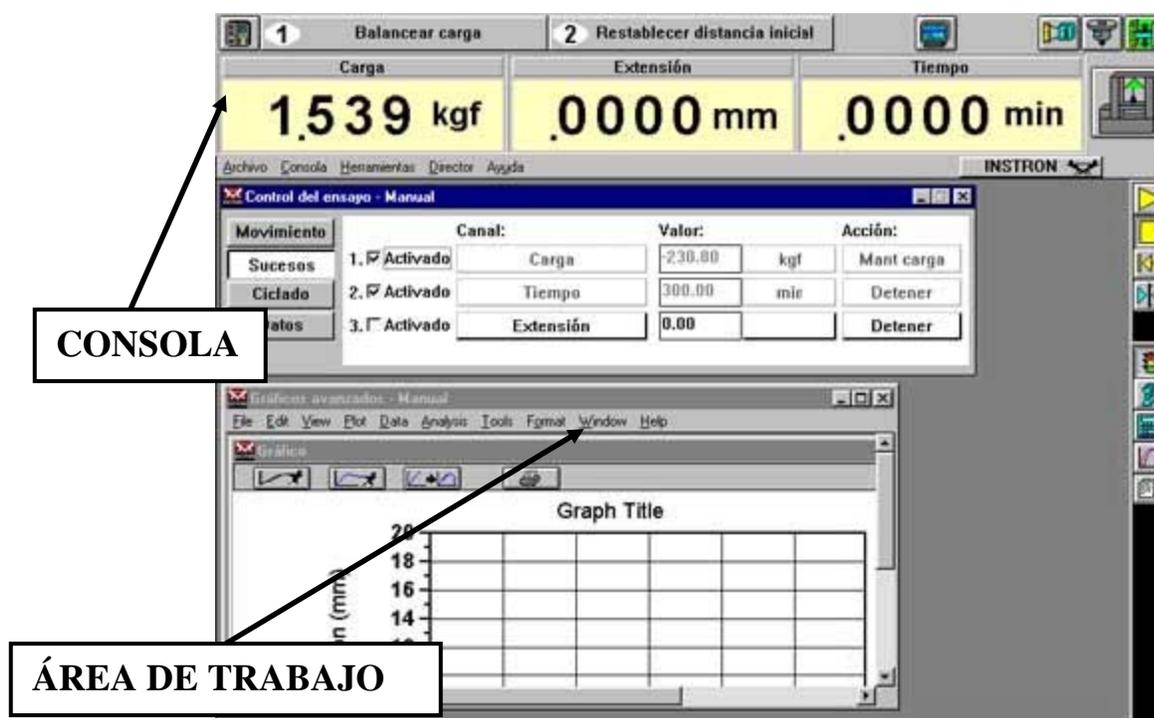


Figura 3.3 Consola y Área de trabajo del programa de Merlin

En la consola hay que destacar una serie de controles. Cuando se carga el programa y entramos en esta página principal, lo primero que hay que hacer es “balancear la carga” (botón nº 1), asegurándonos previamente de que la matriz no

esté colocada sobre el plato inferior. El botón nº 2 deberá registrar la opción “restablecer distancia inicial” que podremos cambiar según la necesidad o tipo de ensayo. El “icono del bastidor” nos indicará en todo momento el movimiento del bastidor, que en nuestro tipo de ensayo tiene que ser ascendente con el fin de que el sistema se someta a compresión. Las pantallas informativas o displays más importantes o significativas son la de la carga, extensión y tiempo. Las dos primeras deberán aparecer con el signo menos (-) ya que estamos en ensayos a compresión y el tiempo final será de 300 min. (5 horas).

3.3.1.- Componentes físicos de Merlin

El sistema de ensayo Merlin incluye varios componentes físicos, que en síntesis y para ensayos de compresión son:

- Bastidor.
- Panel de control.
- Células de carga.
- Ordenador.

Para los ensayos a compresión se dispone de un plato inferior donde se apoya la matriz y de un brazo superior que entra en contacto con el punzón. En la Figura 3.4 se muestra dichos elementos con la matriz.

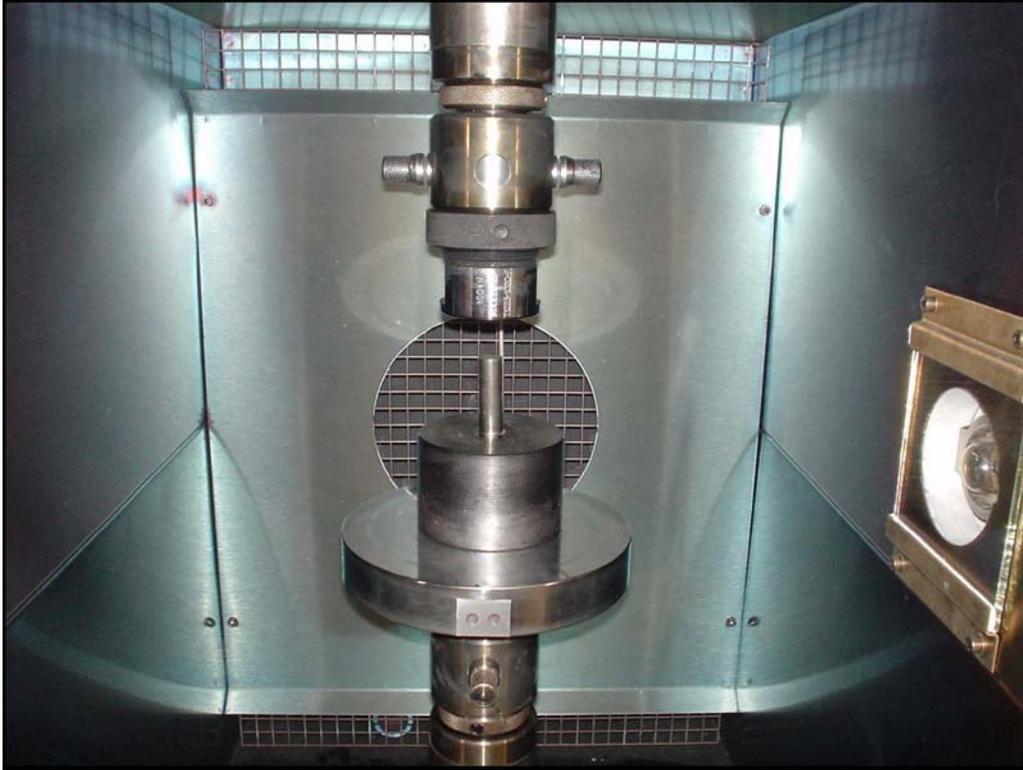


Figura 3.4 *Plato inferior y brazo superior de la máquina de ensayo para compresión*

3.3.1.1.- Bastidor

El bastidor Merlín es un armazón inflexible en el que se instala el plato inferior donde descansa la matriz con el polvo. Se compone de una mesa base, dos columnas, una cruceta fija y una móvil. Cada columna tiene un husillo conectado a la cruceta móvil mediante un mecanismo de husillo de recirculación de bolas. La mesa alberga un motor y un mecanismo de avance para rotar los husillos en cualquier dirección, de forma que cuando éstos giran, desplazan la cruceta hacia arriba o hacia abajo. El brazo superior tiene que estar en todo momento en contacto con el punzón para poder transmitir la carga. Una célula de carga mide la fuerza ejercida sobre la matriz.

Antes de iniciarse el ensayo, se debe revisar y establecer los límites del bastidor. Estos límites restringen el recorrido de la cruceta tanto hacia arriba como hacia abajo, como se observa en la Figura 3.5.

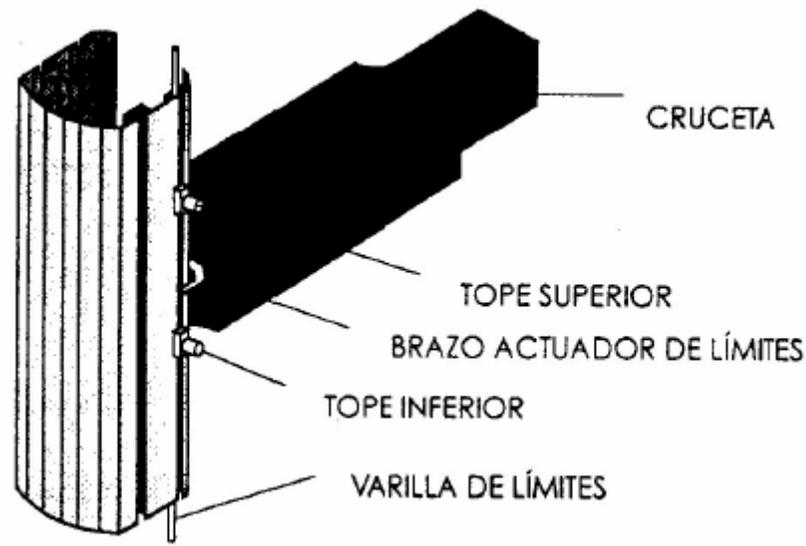


Figura 3.5 Límites del bastidor

El programa Merlin controla el bastidor en función de sus indicaciones. Al comenzar un ensayo, el programa envía una señal al bastidor para que dirija la cruceta en una dirección concreta a una velocidad dada. A medida que la cruceta se desplaza hacia arriba (para compresión), el punzón va descendiendo y la célula de carga mide la fuerza aplicada.

3.3.1.2.-Panel de control

El panel de control está diseñado de forma que permite preparar un ensayo y realizarlo muy fácilmente una vez completada la preparación del programa. Incluye botones para comenzar y detener un ensayo, volver a situar la cruceta en la posición de distancia inicial y especificar una nueva distancia inicial, así como teclas programables a las que se puede asignar directamente funciones que se

realizan con frecuencia durante los ensayos. También incorpora teclas de posición con las que puede controlar el movimiento de la cruceta mientras se prepara para ejecutar un ensayo, y una función de protección que evita que las probetas se expongan a una carga excesiva (ver Figura 3.6)



Figura 3.6 Panel de control

3.3.1.3.- Células de carga

Una célula o transductor de carga es un dispositivo que convierte una fuerza en una señal eléctrica proporcional. La circuitería del bastidor puede leer esta señal y medir así la fuerza que se está aplicando a la probeta.

3.3.1.4.- Ordenador

El ordenador constituye el núcleo del sistema, y en él se ejecuta el programa Merlin, incluidas sus aplicaciones de ensayo

3.3.2.- Cámara de temperatura

Esta cámara está formada por un armazón de acero que la divide a su vez en dos cámaras, frontal y posterior, ambas separadas por una mampara de acero inoxidable. La cámara, en su conjunto, posee una capa cerámica de 50 mm de espesor que actúa como aislante. Entre esta capa de aislante y la pared exterior de la cámara frontal existe un espacio hueco necesario para la circulación del aire de refrigeración. Por otro lado, en la parte trasera de la cámara se disponen los equipos necesarios para el suministro de energía y control de temperatura. Posee además un hueco para entrada de aire de refrigeración. El aire frío es impulsado hacia la cámara frontal a través de un ventilador, refrigerando las paredes exteriores de dicha cámara y saliendo al exterior a través de aberturas realizadas en su parte inferior y en la puerta de acceso.

En la parte posterior de la cámara frontal se disponen los elementos calefactores, separados de la cámara a través de una pantalla de acero inoxidable. Esta pantalla tiene un acabado mate con objeto de optimizar la actuación de los extensómetros ópticos. Aberturas existentes en la parte superior e inferior de la cámara, permiten la introducción de las mordazas y del extensómetro, necesarios para la realización de ensayos a tracción. Estas aberturas permiten también introducir cables de señal en el interior de la cámara.

La puerta está abisagrada en la parte izquierda. Un dispositivo de seguridad interior, corta el suministro de energía a los elementos calefactores y al ventilador si la puerta se encuentra abierta durante la operación. Esta puerta se encuentra provista de una ventana formada por una doble capa de cristal. El cristal exterior refleja el calor radiante que le llega, y el interior, es un vidrio borosilicatado para

poder resistir la alta temperatura que se origina en el interior. Ambos vidrios disponen de un sellado a base de silicona en su borde exterior. Asimismo, existen espacios huecos interiores en la puerta, entre la capa de aislante y el panel exterior para permitir la circulación del aire de refrigeración. La expulsión del aire caliente hacia el exterior, se realiza a través de aberturas existentes en la parte inferior de dicha puerta. En la Figura 3.7 se muestra un esquema de la cámara de temperatura.

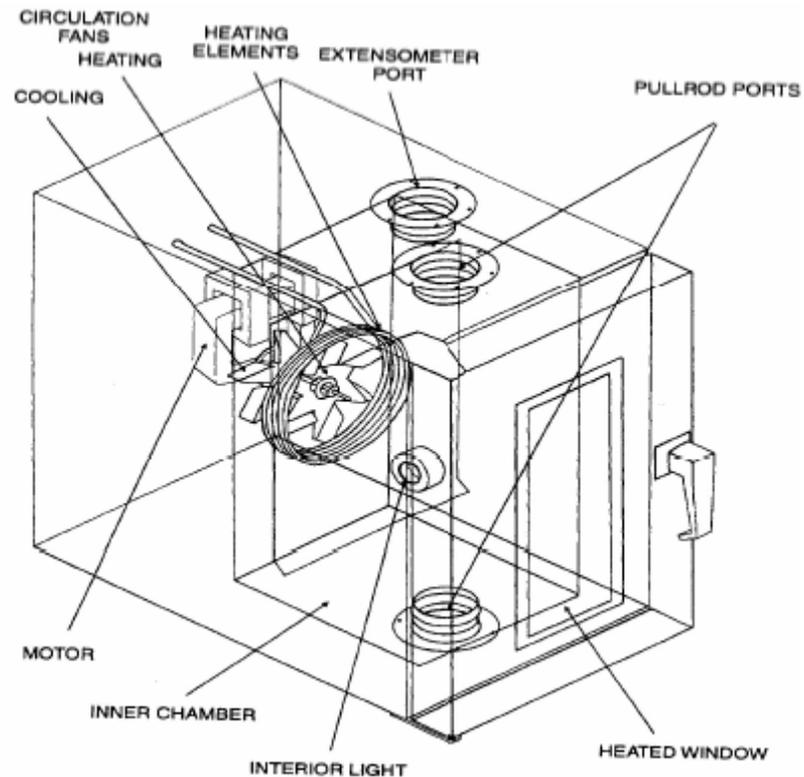


Figura 3.7 Esquema de la cámara de temperatura

La apertura de la puerta se realiza con ayuda de dos agarraderas, mediante un mecanismo de deslizamiento y giro de ambas. La Figura 3.8, muestra el procedimiento de apertura de la puerta de acceso a la cámara de temperatura. Esta instalación posee la ventaja de proteger al operador de una llamarada de aire caliente procedente del interior de la cámara cuando la puerta se abre durante la

ejecución del ensayo. Además, de esta forma, se evita el contacto directo con el cristal interior de la puerta que está sometido a alta temperatura.

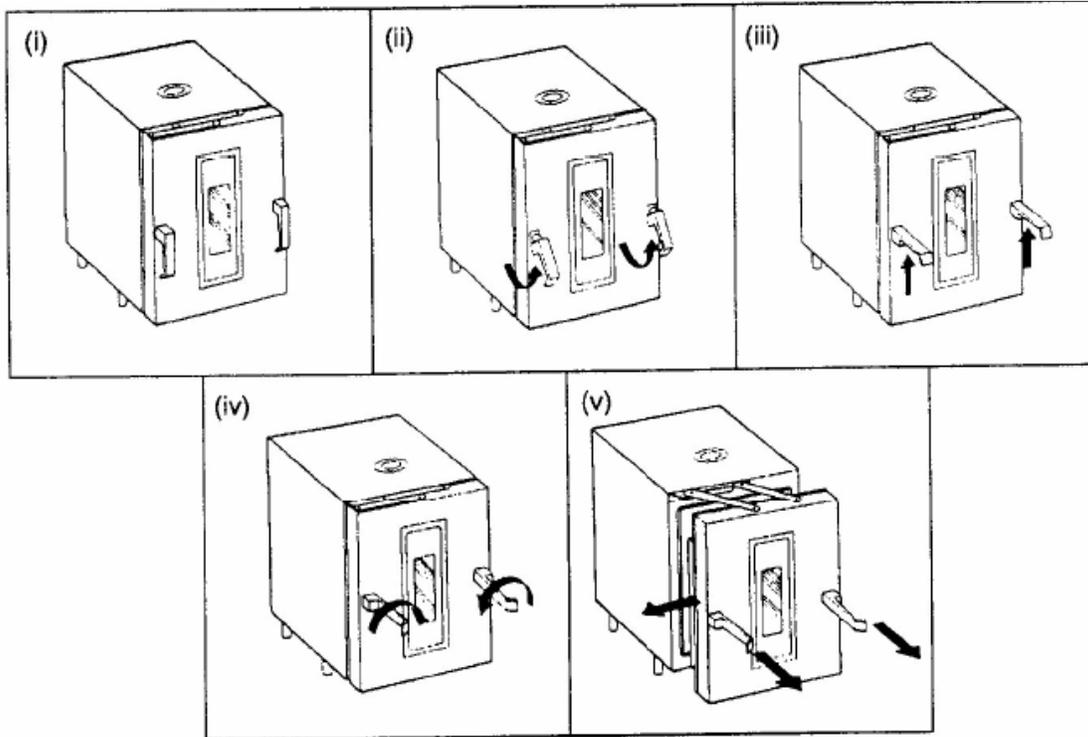


Figura 3.8 Procedimiento de apertura de la puerta de la cámara de temperatura

En cuanto a la circulación del aire, ésta se realiza a través de un ventilador accionado a través de un motor eléctrico, montado sobre la mampara de separación de las dos cámaras interiores, asegurando una distribución uniforme de temperatura en el interior de la cámara. La velocidad de giro del motor puede ser ajustada a voluntad durante el ensayo con objeto de reducir o aumentar, según convenga, la turbulencia en la cámara. El aire es conducido por este ventilador, pasando a través de los elementos calefactores, hacia la parte inferior y superior de la cámara interior frontal. Adicionalmente existe otro ventilador situado justo entre las dos cámaras interiores, cuya misión es distribuir el aire de refrigeración, haciéndolo pasar por el espacio hueco existente entre la superficie exterior de la cámara interior y la capa de aislante. Este aire, como se comentó con anterioridad,

abandona la cámara a través de orificios realizados en la parte inferior tanto de dicha cámara como de la puerta de acceso. La Figura 3.9 muestra un esquema de la circulación del aire a través de la cámara de temperatura.

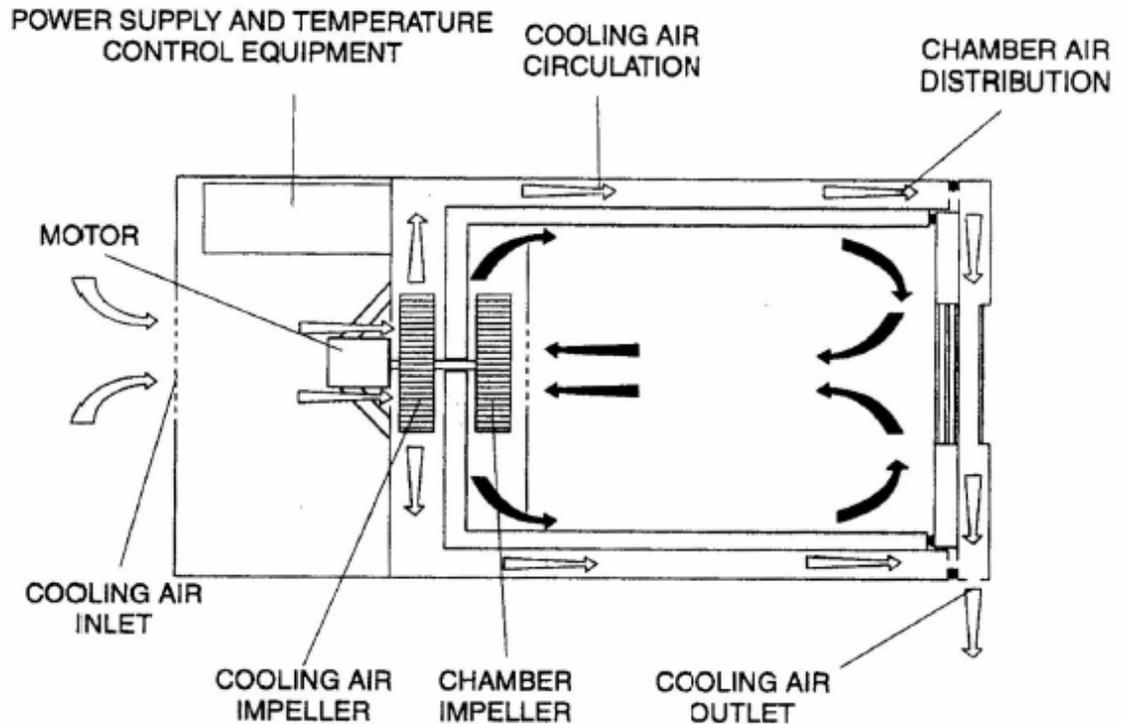


Figura 3.9 Esquema de la circulación del aire a través de la cámara

3.3.3.- Selección de parámetros

En primer lugar hay que seleccionar en la entrada al programa el tipo de ensayo que se quiere realizar, en nuestro caso fluencia-relajación, compresión en caliente. Una vez cargada la hoja principal del programa, se procede a balancear la carga y a introducir los parámetros necesario para realizar este tipo de ensayo, como la carga, la velocidad de la rampa de subida, y el tiempo. El resto de parámetros están definidos por defecto y almacenados en el tipo de método

seleccionado. Los displays que tenemos que tener visibles en la pantalla serán la carga, extensión y tiempo.

Cuando el ensayo finalice se almacenará en memoria como un archivo *.TDM, que nos proporcionará una copia almacenada con la extensión *.raw, que será la que necesitaremos para procesar los resultados. En el programa no se va a trabajar en el área de trabajo, es decir, que las gráficas se procesarán fuera de él, exportando los datos tipo *.raw a una hoja de Excel.

A continuación vamos a describir como se introducen los datos de entrada y qué botones del menú son necesarios usar para introducirlos.

- Carga y tiempo

De la columna de la izquierda de la hoja principal se selecciona el botón  con el icono de un semáforo y entramos en una ventana denominada control de ensayo-manual. En ella seleccionamos el botón Sucesos para introducir la carga necesaria (a compresión con el signo menos) y el tiempo (300min) (ver Figura 3.10).

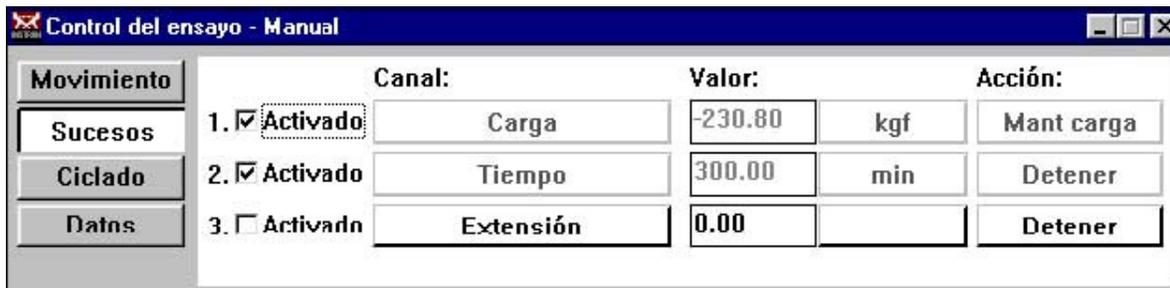


Figura 3.10 Introducción de parámetros de carga y tiempo

- Velocidad de subida de carga

Para introducir el parámetro de la velocidad con la que queremos que se alcance el valor de la carga fijada, se selecciona la opción Movimiento y se introduce el dato de velocidad en mm/min. (ver Figura 3.11).

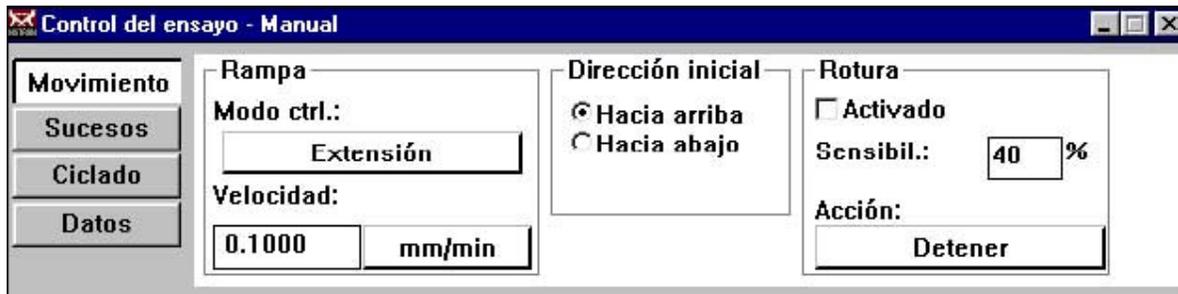


Figura 3.11 Introducción del parámetro velocidad de subida de carga

3.3.4.- Preparación del ensayo

Se tomarán muestras de polvos de cada uno de sus botes para cada ensayo. Para el caso del estaño se extraerán 10 g. y para el aluminio 3.7 g. por el método descrito en el proceso de compactación, apartado 3.5. De la misma forma se lubricarán las paredes de la matriz con cera o gafito según convenga (el grafito se comporta mucho mejor), eliminando por las partes inferior y superior los excesos de lubricante.

Se introduce la sufridera por la cara inferior de la matriz y con la ayuda de la tolva se introduce el polvo. Se mantiene 2 minutos en el vibrador, se coloca el punzón y se introduce en el horno sobre el plato inferior como se mostraba en la Figura 3.11. El conjunto matriz sufridera y punzón es diferente al utilizado en el proceso de compactación y se muestra en la Figura 3.12.



Figura 3.12 *Matriz, sufridera y punzón para ensayo de termofluencia*

Una vez situado el conjunto en el interior del horno se aproxima el brazo superior sobre el punzón mediante el controlador, pulsando el botón *APROX. ARRIBA*. Para conseguir un ajuste más fino se usa la rosca de posición fina (ver Figura 3.12).

Una vez fijada la posición se pulsa el botón restablecer distancia inicial para poner el contador de extensión a cero. Mediante el controlador de temperatura (Figura 3.13) se introduce la deseada y se deja todo el conjunto cerrado en el interior del horno durante unos 15 minutos para que todas las piezas alcancen la temperatura fijada, y a continuación se inicia el ensayo pulsando el botón play.



Figura 3.13 Control de temperatura