

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**



TESIS DOCTORAL

**Muelas abrasivas cerámicas**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR  
PRESENTADA POR

**José Manuel Bolivar Palacio**

Madrid, 2015

UNIVERSIDAD DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS

544



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5310326032

BOL

Serie A - n.º 58

SECCION DE QUIMICAS

# MUELAS ABRASIVAS CERAMICAS

TESIS DOCTORAL

por

JOSE MANUEL BOLIVAR PALACIO



Publicaciones de la Facultad de Ciencias

MADRID, 1967

R.530.351

x-53-04457

## RECONOCIMIENTOS

En primer lugar quiero hacer constar mi agradecimiento al Investigador Dr. D. DEMETRIO ALVAREZ-ESTRADA por su estimable dirección, su ayuda incondicional y sus muchos consejos a lo largo de todo este trabajo, facilitándome su realización, sin todo lo cual ésta no hubiera sido completa.

Igualmente, deseo expresar mi reconocimiento al Profesor Dr. D. José Luis Otero de la Gándara, por su guía e interés para lograr la más correcta presentación del tema.

Por último, es obligado el hacer patente desde estas líneas mi agradecimiento al Grupo de Cerámica, en la Junta de Energía Nuclear, en especial a D. Eduardo Aparicio, y del Instituto de Cerámica y Vidrio en el Patronato Juan de la Cierva del Consejo Superior de Investigaciones Científicas, por la colaboración y ayuda prestada en la parte experimental de este trabajo.







# MUELAS ABRASIVAS CERAMICAS

---

## INDICE GENERAL

	<u>Página</u>
RESUMEN .....	1
INDICE DE:	
Figuras y Gráficos .....	8
Tablas .....	11
Fotografías .....	13
I. INTRODUCCION .....	15
II. PARTE EXPERIMENTAL .....	65
III. CONCLUSIONES .....	217
IV. BIBLIOGRAFIA .....	227



## R E S U M E N

La fuerte tendencia expansiva del actual consumo nacional de productos abrasivos se refleja en como las 1.682 Tm. producidas en el año 1.958 han pasado á 9.810 Tm. en el año 1.963. Sin embargo, estos importantes hechos económicos no han encontrado aún eco en la bibliografía técnica, lo cual justifica el presente estudio de las muelas de corindón aglomerado, productos representativos de esta industria por su volumen del 80 % dentro del cuadro total de la producción abrasiva.

Después de esclarecer a la luz de conceptos elementales de la físicoquímica, los factores de uso normal impuestos por la práctica abrasivista, tales como el tamaño de grano, el grado de dureza, el número de estructura, etc., se ha intentado conseguir una unidad de los mismos integrándolos en un modelo clásico de microestructura, suponiendo un empaquetamiento cúbico de esferas idénticas y desarrollando simultáneamente la estructura matemática que relacione a los principales parámetros que caracterizan la textura.

La insuficiencia que presenta este elemental y clásico modelo con la realidad, nos ha obligado a superarlo proponiendo seis tipos de posible empaquetamiento.

En la parte experimental se ha puesto en práctica un plan de trabajo enfocado hacia el estudio de los parámetros que caracterizan la microestructura de las muelas de corindón aglomerado. Estos son: tamaño y forma de grano, índice de coordinación o tipo de empaquetamiento, ángulo de contacto y textura.

La técnica empleada para estudiar el tamaño del grano, ha sido el tamizado, aplicando la NORMA ASA MS-1932, comprobándose que la fracción fundamental del grano abrasivo de corindón núm. 60, de procedencia nacional, se corresponde con un diámetro de la partícula de 250-200  $\mu$ , lo cual está dentro de las actuales normas internacionales exigidas para estos productos.

Se han comprobado los resultados satisfactorios que ofrece el empleo del microscopio de calefacción como técnica de estudio para caracterizar el ángulo de contacto, estudiando los efectos que producen los aditivos, la temperatura y los ciclados térmicos sobre la capa-

cidad de mojado de los granos de corindón por el vidrio aglomerante. Se ha encontrado que el óxido de litio en proporciones del 1 al 3 %, reduce la temperatura de sinterización y al mismo tiempo disminuye notablemente el ángulo de contacto, mejorando, por lo tanto, el índice de mojado. Así mismo, se ha investigado el efecto de adiciones del 1 al 3 % del óxido de molibdeno,  $\text{Mo}_2\text{O}_3$ , observándose, así mismo, una notable reducción del ángulo de contacto junto con el efecto de un aumento de la viscosidad del vidrio. También se ha considerado el efecto del tiempo de calefacción sobre el índice de mojado, encontrándose una relación del tipo  $\theta = \theta_0 \cdot t^n$ , en donde  $\theta$  es el ángulo de contacto y  $t$  el tiempo de calefacción.

La necesidad de poder disponer de probetas de corindón aglomerado para efectuar los ensayos de textura e índice de coordinación (porosidad), ha obligado a poner a punto el proceso de fabricación de las muelas de corindón aglomerado, justificándose el no acudir a productos comerciales por el secretismo actual de los fabricantes y por una muy comprensible curiosidad profesional. Esta labor ha sido una de las fases más laboriosas del presente trabajo. Se calculó y diseñó un molde de matriz flotante, tra-

bajo original por la carencia de información al respecto. Se fijó el intervalo de presiones aceptables en la operación de moldeo, fijándose éste entre 80 y 500 kg/cm<sup>2</sup>. Se marcó como temperatura de cinterización 1.250 °C. Por último, se efectuaron las operaciones de acabado. Se ha comprobado la autenticidad de los materiales elaborados mediante la observación en máquina rectificadora de sus aptitudes para el amolado de probetas de acero.

Los ensayos de porosidad confirman la necesidad de superar el modelo simplista de empaquetamiento cúbico, por la aplicación, en cada caso, de los seis empaquetamientos posibles, puesto que se han conseguido porosidades desde 24 hasta 46 %.

Los ensayos de conductividad térmica, como medida indirecta de la textura, de carácter no destructivo, se han efectuado con un aparato calculado, diseñado, construido y puesto a punto por nosotros. Los cálculos térmicos preliminares se han adecuado bastante aceptablemente con la realidad de las medidas experimentales. La variación del coeficiente de conductividad térmica en el intervalo de 100 á 500 °C ha sido fijado entre 8 y 3,50 kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m.

Los ensayos de resistencia mecánica sometidos a un mecanismo estadístico, informan sobre la posibilidad de diferenciar dosificaciones que se mantengan separadas por más del 3 %. Al aumentar la proporción de vidrio aglomerante del 4 al 15 % aumentarán las resistencias mecánicas medias entre 599 y 1.831 kg/cm<sup>2</sup>.

Una exposición más detallada de los resultados obtenidos se da en el último capítulo:  
CONCLUSIONES.



INDICE DE FIGURAS, TABLAS Y FOTOGRAFIAS

INDICE DE FIGURAS

	<u>Página</u>
FIGURA 1 .- Modelo de microestructura. Las dos partículas son aglomeradas por el menisco (zona oscura) de vidrio .....	29
FIGURA 2 .- Disminución del valor h/r al aumentar Va/Vc .....	34
FIGURA 3 .- Relación entre el área de la proyección del menisco aglomerante y la proporción de aglomerante y de grano abrasivo, Va/Vc .....	36
FIGURA 4 .- Parámetros que caracterizan a la microestructura del corindón aglomerado ..	41
FIGURA 5 .- Esquema ilustrativo de los conceptos de ángulo de mojado y tensión superficial .....	55
FIGURA 6 .- Esquema del plan de trabajo y proceso experimental seguido para es estudio de los parámetros que caracterizan a la microestructura del corindón aglomerado .....	69
FIGURA 7 .- Diseño TONNINDUSTRIE de la máquina automática empleada en los ensayos de tamizado .....	73
FIGURA 8 .- Análisis granulométrico diferencial del corindón grano 60 y 24 .....	76
FIGURA 9 .- Variación de la desviación estandar de los resultados de tamizado con el tiempo de operación .....	84
FIGURA 10.- Representación log log de la desviación estandar de los resultados de tamizado con el tiempo de operación .....	85
FIGURA 11.- Puesta a punto del microscopio de calefacción: Velocidad de calentamiento .....	95
FIGURA 12.- Variación del ángulo de contacto con la temperatura .....	97
FIGURA 13.- Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción .....	98

FIGURA 14	.- Variación del ángulo de contacto, , con el tiempo de calefacción, t, en minutos .....	99
FIGURA 15	.- Efecto de los aditivos a un vidrio de borosilicato .....	100
FIGURA 16	.- Tarado de la prensa para ensayos mecánicos del Laboratorio de Cerámica de la J.E.N. ....	128
FIGURA 17	.- Variación de la porosidad con la dosificación, manteniendo constante la presión de moldeo .....	137
FIGURA 18	.- Variación de la porosidad con la presión de moldeo, para diferentes dosificaciones .....	140
FIGURA 19	.- Variación de la conductividad térmica con la temperatura: Comparación entre una dosificación del corindón aglomerado y sus constituyentes ...	151
FIGURA 20	.- Variación de la conductividad térmica del corindón aglomerado con la temperatura para diferentes dosificaciones en peso de corindón. Se han tomado los valores medios de la tabla núm. 12. Corrección de la porosidad, $k = k_s(1-P)$ .....	159
FIGURA 21	.- Variación de la conductividad térmica con la dosificación, para diferentes temperaturas .....	160
FIGURA 22	.- Conjunto del "Medidor de conductividades" .....	165
FIGURA 23	.- Curvas de calefacción utilizadas en los ensayos de conductividad térmica	180
FIGURA 24	.- Resultados experimentales: Variación de la conductividad térmica con la dosificación .....	181
FIGURA 25	.- Variación de la conductividad térmica con la temperatura.....	186
FIGURA 26	.- Variación de la conductividad térmica con la porosidad .....	191
FIGURA 27	.- Diagrama tiempo-fuerza empleado en los ensayos de resistencia a la compresión .....	200

FIGURA 28	.- Variación de la resistencia mecánica a la compresión con la composición .....	206
FIGURA 29	.- Polígono de frecuencia. Histograma. Composición del 96 % de corindón .....	208
FIGURA 30	.- Polígono de frecuencia. Histograma. Composición del 89,50 % de corindón ..	208
FIGURA 31	.- Polígono de frecuencia. Histograma. Composición del 91 % de corindón .....	209
FIGURA 32	.- Polígono de frecuencia. Histograma. Composición del 85 % de corindón .....	209
FIGURA 33	.- Curva de frecuencia relativa acumulada. Composición del 96 % de corindón .....	214
FIGURA 34	.- Curva de frecuencia relativa acumulada. Composición del 89,50 % de corindón .....	214
FIGURA 35	.- Curva de frecuencia relativa acumulada. Composición del 91 % de corindón .....	215
FIGURA 36	.- Curva de frecuencia relativa acumulada. Composición del 85 % de corindón .....	215

INDICE DE TABLAS

Página

TABLA 1	.- Revisión de las expresiones más empleadas, que relacionan la conductividad térmica y la porosidad .....	62
TABLA 2	.- Análisis de tamizado efectuado sobre 1.000 gr. de los granos núms. 24 y 60 de corindón 38 A .....	75
TABLA 3	.- % retenido variando la carga del tamizado .....	79
TABLA 4	.- Variación de la desviación estandar con el tiempo de tamizado. Muestra de 50 gr. ....	81
TABLA 5	.- Variación de la desviación estandar con el tiempo de tamizado. Muestra de 500 gr. ....	83
TABLA 6	.- Efecto del tiempo de calefacción. Proceso isotérmico. Resultados experimentales .....	115
TABLA 7	.- Variación de la porosidad con la dosificación. Resultados experimentales ..	136
TABLA 8	.- Variación de la porosidad con la presión de moldeo, para dos composiciones. Resultados experimentales .....	139
TABLA 9	.- Variación de la porosidad con el tiempo de moldeo. Resultados experimentales .....	141
TABLA 10	.- Resumen de las estimaciones y cálculos efectuados sobre la variación de la conductividad térmica del corindón y del vidrio, con la temperatura ,.....	150
TABLA 11	.- Variación de la conductividad térmica del corindón aglomerado, ks, con la temperatura, para una porosidad cero. Estimativos .....	157
TABLA 12	.- Estimación, por cálculo, de la variación de la conductividad térmica del corindón aglomerado, kp, en kcal/hr. m <sup>2</sup> .°C/m., con la temperatura. Corrección de la porosidad $k_p = k_s / (1 - P)$ .....	158

TABLA 13	.- Detalle de las medidas: Variación de la conductividad con la dosificación .....	177 y 178
TABLA 14	.- Medidas: Variación de la conductividad térmica con la dosificación. Resumen de las experiencias .....	179
TABLA 15	.- Variación de la conductividad con la temperatura, dosificación correspondiente al 96 % de corindón .....	183
TABLA 16	.- Variación de la conductividad con la temperatura, dosificación correspondiente al 91 % de corindón .....	184
TABLA 17	.- Variación de la conductividad térmica con la temperatura. Resumen de las experiencias .....	185
TABLA 18	.- Resumen de las medidas: Variación de la conductividad térmica con la porosidad. Dosificación del 96 % de corindón .....	190
TABLA 19	.- Resultados experimentales: Variación de la resistencia mecánica a la compresión con la composición ...	201
TABLA 20	.- Comparación de los valores correspondientes entre porosidades y resistencia mecánica .....	203
TABLA 21	.- Valores de la varianza y de la desviación estándar en función de la composición .....	204
TABLA 22	.- Intervalo de confianza .....	207
TABLA 23	.- Frecuencia relativa y frecuencia relativa acumulada a los resultados experimentales .....	210, y 211

INDICE DE FOTOGRAFIAS

	<u>Página</u>
FOTOGRAFIA 1 .- Máquina TONNINDUSTRIE para el tamizado .....	72
FOTOGRAFIA 2 .- Serie 1.- Puesta a punto del microscopio de calefacción. Vidrio borosilicato 100 %. Curva de calefacción núm. 1. Variación del ángulo de contacto con la temperatura .	101
FOTOGRAFIA 3 .- Serie 2.- Puesta a punto del microscopio de calefacción. Vidrio borosilicato + 15 % caolín. Curva de calefacción núm. 1. Variación del ángulo de contacto con la temperatura .....	102
FOTOGRAFIA 4 .- Serie 3.- Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción: vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1140 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	103
FOTOGRAFIA 5 .- Serie 4.- Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción: vidrio borosilicato. Temperatura de calefacción: 1.185 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	104
FOTOGRAFIA 6 .- Serie 5.- Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción: vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1.260 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	105
FOTOGRAFIA 7 .- Serie 6.- Efecto de los aditivos. Adición del 3 % de Li <sub>2</sub> O. Vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1.140 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	106
FOTOGRAFIA 8 .- Serie 7.- Efecto de los aditivos. Adición del 3 % de Li <sub>2</sub> O. Vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1.210 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	107
FOTOGRAFIA 9 .- Serie 8.- Efecto de los aditivos. Adición del 1 % de Li <sub>2</sub> O. Vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1.260 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	108

FOTOGRAFIA 10	.- Efecto de los aditivos. Adición del 1 % de $\text{Mo}_2\text{O}_3$ . Vidrio de borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1.210 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	109
FOTOGRAFIA 11	.- Efecto de los aditivos. Adición del 3 % de $\text{Mo}_2\text{O}_3$ . Vidrio de borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1.210 °C. Curva de calefacción núm. 2 .....	110
FOTOGRAFIA 12	.- Efecto del ciclado térmico. A partir de los 1.000 °C, cada 20°C períodos de minutos a temperatura constante. 40 minutos en la temperatura final de 1.180 °C, midiéndose la variación del ángulo de contacto con el tiempo cada 5 minutos. Vidrio borosilicato .....	111
FOTOGRAFIA 13	.- Ejemplo ilustrativo de como se han calculado los ángulos de contacto. Fotografía correspondiente a la serie núm. 8. Fotografía núm. 10, adición 1 % de $\text{LiO}_2$ .....	112
FOTOGRAFIAS 14 y 15	.- Prensa TONNINDUSTRIE empleada para la fabricación de las probetas, así como para los ensayos de resistencia mecánica .....	129 y 1
FOTOGRAFIA 16	.- Preparaciones metalográficas de probetas de corindón con 15 % de vidrio de borosilicato. Presión de moldeo: 500 kg/cm <sup>2</sup> . .....	145
FOTOGRAFIA 17	.- Preparaciones metalográficas de probetas de corindón con 15 % de vidrio borosilicato. Presión de moldeo: 1.710 kg/cm <sup>2</sup> . .....	145

MUELAS ABRASIVAS CERAMICAS

---

I - INTRODUCCION



INDICE DE MATERIAS QUE COMPONEN LA INTRODUCCION

	<u>Página</u>
Antecedentes históricos .....	19
El problema tecnológico del mecanizado con abrasivos .....	22
Conceptos generales de las muelas de corindón aglomerado .....	24
Textura del corindón aglomerado .....	26
Elección de un modelo de microestructura para el corindón aglomerado .....	28
Relación entre la proporción de los constituyentes, número de coordinación y ángulo de contacto .....	29
Area relativa de la sección proyectada del cuello o menisco de vidrio .....	35
Grado de dureza .....	37
Estudio en particular de los factores de caracterización de la microestructura propuesta .....	40
- Tamaño del grano .....	42
- Forma del grano .....	43
Número de coordinación, n, y porosidad: Generalización del modelo de microestructura .....	47
- Porosidad .....	50
- Angulo de contacto .....	52
- Tensión superficial y ángulo de contacto ....	53
- Factores que afectan al ángulo de contacto ..	56

	<u>Página</u>
- Fundamentos de las técnicas de caracterización de la estructura .....	58
I. Conductividad Térmica .....	58
a) Efecto de la temperatura .....	58
b) Efecto de la composición .....	60
c) Efecto de la porosidad .....	61
II. Resistencia mecánica .....	53

## INTRODUCCION

### 1. Antecedentes históricos.

Los arqueólogos, fijan como factor determinante entre las edades del Paleolítico y del Neolítico (25.000-15.000 A.C.), la práctica del afilado y pulido de armas y utensilios.

El cuarzo aglomerado de forma natural se utilizó ampliamente durante el transcurso de la Edad Media; época en la que proliferaron los talleres en donde se pulía y trabajaba armaduras y útiles. Seguramente el papel de lija surgió en el siglo XVII.

Hasta el descubrimiento de la síntesis del corindón (1.877) y del carburo de silicio (1.891), se utilizaron los recursos naturales. Henry Barday fabricaba muelas en Inglaterra, por el año 1.842. Los granos de esmeril natural eran aglomerados con cemento sorel. En los Estados Unidos se tiene noticia de que F.J.Myall en 1.859 obtuvo en Ruxbury, Massachusets, una patente sobre un proceso de obtención de muelas de esmeril con aglomerantes de goma. Los productos esenciales eran el esmeril y como aglomerantes: la goma de la India, gutapercha, sulfuro y aceite de oliva. Thomas Nelson, de West Troy, en New York, ofreció en 1.864 la primera muela vitrificada. Puede considerarse

que Nelson al emplear ingredientes muy próximos a las clásicas composiciones posteriores y al dar una forma determinada a sus piezas abrasivas vitrificadas, fué un predecesor de la tecnología actual. En efecto, el origen de la compañía Wheel Company fueron las patentes de Nelson en el año 1.871. Dos años después, en 1.873, Swen Pulson, F.Hancock y F.B.Norton iniciaron sus fabricaciones de muelas en un horno de cerámica.

Los rubíes fueron sinterizados por primera vez por A.G.Gaudin, en 1.873. Unos años después se consiguió la síntesis de los zafiros blancos y de las espinelas coloreadas.

La fecha de 1.877 es clave, pues corresponde a la primera síntesis de la alúmina cristalizada (corindón artificial), efectuada por E.Fremy y C.Feil.

En 1.900, Charles T.Jacobs obtuvo una patente en los Estados Unidos a favor de un proceso de obtención de óxido de aluminio partiendo de la bauxita y consiguió atemperar el grado de dureza aconsejable para los usos abrasivos.

Según parece, el primero que obtuvo en Francia una patente al respecto fue Ivan Werlein en 1.893, y Hass Lacher, en Alemania, por el año 1.894, empleando esmeril natural.

Haciendo historia de los materiales abrasivos no se puede ignorar el desarrollo de la operación de tamizado,

esencial en su proceso de fabricación. La forma incontrolada que predominó en los primeros tiempos para la selección del grano fué reglamentada por la compañía W.S.Tyler, la cual, en el año 1.910 desarrolló una serie de telas de tamiz estandarizadas. El profesor Richard estudió una serie de mallas más estrecha. En 1.919, el Bureau of Standars de Norte América propuso el empleo de un modelo que tuviera como base una luz de malla de 1 mm. La primera "tabla de límites admisibles para la selección de los tamaños de grano", de carburo de silicio, y del corindón, fué proyectada por el mencionado Bureau of Standars de los Estados Unidos en 1.931. Cinco años después, esta tabla fué modificada por un Comité Técnico de la Asociación Americana de abrasivos.

Otro factor interesante es el aglomerante. En 1.860, se empleaban como tal la goma, la cola y el cemento. En 1.870, el vidrio y el silicato sódico. En 1.880, surgieron los aglomerantes del tipo de Shellac. Es curioso el hecho de que hasta 1.920 no se utilizará la bakelita, cuando Leon Heindrik Kackeland ya había logrado su síntesis en 1.870.

Se puede terminar recordando que en la primavera de 1.891, el Dr. E.G.Acheson, mientras realizaba unas experiencias encaminadas a la obtención de diamantes artificiales, obtuvo el carburo de silicio. No insistiremos sobre este abrasivo por no ser objeto del presente trabajo.

## 2. El problema tecnológico del mecanizado con abrasivos.

No se conoce, por el momento, una teoría divulgada que enlace, de forma general, las variables que intervienen en un proceso de abrasivos. Por una parte, con mentalidad mecánica, existe un trabajo excelente de W.A. Mohun en una publicación del año 1.962 del ASME, donde se aborda, con un interesante cálculo matemático, la teoría general del corte con cuchillo aplicado a un grano abrasivo, asimilando a éste con una herramienta elemental. Por otra parte, la práctica abrasivista utiliza una simbología para la caracterización de sus productos, en la cual se contienen implícitamente las variables más importantes del proceso.

Sin embargo, actualmente no existe, al menos en la bibliografía, una estructura matemática que explique satisfactoriamente y relacione entre sí, los conceptos físicos implicados en el proceso de abrasión.

En todo proceso de mecanizado con muela abrasiva, se pueden diferenciar tres aspectos fundamentales: la muela abrasiva, la máquina y el tipo de operación mecánica que se realiza. Este último aspecto, como se comprenderá, es determinante de los otros dos anteriores.

La máquina impondrá unas condiciones fijas, por ejemplo mínimo de vibraciones, elementos de seguridad, potencia suficiente como para conservar la velocidad del eje portamuelas en las condiciones normales de trabajo, etc.

Con respecto a la muela abrasiva, se puede decir que fundamentalmente, estará condicionada por el tipo o tamaño del grano, la naturaleza del aglomerante, estructura y su forma.

El tipo de mecanizado impuesto por el diseño fija el material, su tamaño y forma, calidad y productividad.

Como variables que se derivan de los tres aspectos fundamentales propuestos, se pueden considerar, entre otros, la velocidad relativa entre la muela y la pieza, la superficie de contacto y la cualificación profesional del operario.

Lo dicho puede servir como justificación de esa ausencia de una teoría general en el campo abrasivista.

En el presente trabajo se estudia, de forma limitada, la muela abrasiva, en sus aspectos esenciales: grano, aglomerante y estructura. Así mismo se simplifica el problema fijando el tipo y tamaño de grano (corindón, grano núm. 60). En las páginas siguientes se hace una justificación de esta elección.

### 3. Conceptos generales de las muelas de corindón aglomerado.-

Las muelas abrasivas están constituidas por granos abrasivos, naturales o sintéticos, aglomerados.

El 80 % del consumo de estos materiales corresponde a productos vitrificados constituidos por granos de corindón sintético o de carburo de silicio (ambos abrasivos obtenidos por el proceso de electrofusión). Sin embargo, puede considerarse que existe una importancia relativa, en cuanto al volumen total del consumo, del corindón sobre el carborundum.

La variedad de operaciones que pueden intervenir en una transformación mecánica exige el poder disponer de la muela abrasiva adecuada para cada proceso.

El material activo de las muelas abrasivas, es el grano. La función del aglomerante es la de mantener unidos los granos hasta su desgaste, no ejerciendo acción abrasiva. Los aglomerantes del corindón son de naturaleza vítrea (vidrios con bajo coeficiente de dilatación y con buena capacidad de mojado del corindón).

Junto con el grano y el vidrio aglomerante se debe considerar un tercer elemento de caracterización: la textura, la cual es a su vez, función de la proporción de los constituyentes, forma de unirse éstos y de la porosidad.

La justificación económica de abordar el estudio tecnológico de los abrasivos aglomerados se desprende de la observación de las estadísticas nacionales sobre producción y valor de la misma en los últimos años. Así por ejemplo, la producción en el año 1.958 fué de 1.680 toneladas. A partir del año 1.962, se registra un aumento en la producción en el año 1.963, las 9.810 toneladas, con un valor de 116 millones de pesetas. El valor de esta producción debe ser añadido al valor de las importaciones, efectuadas en estos años, de abrasivos aglomerados. Sin embargo, la importancia de esta industria, dentro del cuadro general de los diferentes sectores, estriba más que en su valor de producción total, en la naturaleza clave de sus manufacturas, de las cuales son clientes otras industrias como la siderúrgica, materiales de la construcción, el vidrio, etc.

Desde el punto de vista tecnológico hay que añadir que en la actualidad, y de siempre, esta industria se caracteriza, en todo el mundo, por un acentuado silencio bibliográfico. Existe una gran desproporción entre el número de patentes registradas y el número de trabajos publicados en revistas y libros.

#### 4. Textura del corindón aglomerado.

Como ya se ha dicho, en las muelas de corindón aglomerado, junto con el grano abrasivo y el vidrio aglomerante, se debe considerar un tercer elemento de caracterización; la textura, la cual es a la vez función de la proporción de los constituyentes, de la forma de unirse éstos y de la porosidad.

Se puede pues encontrar la relación que tienen entre sí estos elementos caracterizadores, por aplicación de la ley de las fases, teniendo en cuenta que el número de fases en estos materiales es de tres: dos sólidas y una gaseosa. Detalle importante es que tanto las fases sólidas como la gaseosa son continuas. El número de componentes es de tres. Por último, recordaremos que en los sistemas cerámicos, y éstos lo son, la presión de vapor se mantiene prácticamente despreciable para grandes variaciones de la temperatura, por lo que el sistema será "condensado" pudiendo aplicar la ley de las fases reducida.

$$\text{libertades} + \text{fases} = \text{componentes} + 1$$

El número de libertades será 1.

Por consiguiente, las relaciones volumétricas de los tres componentes pueden ser expresadas mediante un triángulo de composiciones.

Normalmente junto con la naturaleza, tamaño de grano y grado de dureza de la muela se suele dar un número de estructura o porosidad, el cual, en el simbolismo de las muelas abrasivas, se coloca a continuación de la letra que expresa el grado de dureza. Para designar la estructura se emplea una escala del 0 al 12, es decir, 13 gradaciones (porosidades normales, no incluídas) desde una porosidad pequeña, muelas muy densas (0, 1, 2, 3, etc.) hasta una porosidad más elevada, muelas abiertas (12, 11, 10, etc.).

Sin embargo, el hecho real es que esta convención o acuerdo de designación, no es un factor absoluto que permita comparar productos de diferentes procedencias, sino más bien una escala convencional relativa y arbitraria.

Durante la abrasión con superficies de contacto grandes se deberá escoger una estructura muy abierta, porosa. La precisión y el superacabado exigirá, por otra parte, una estructura cerrada o mediana con el fin de mantener el perfil de la muela. También influirá el tipo de operación mecánica.

5. Elección de un modelo de microestructura para el corindón aglomerado.

Con ayuda del microscopio se han observado probetas, previamente preparadas, utilizando técnicas similares a las que actualmente se emplean en metalografía. En estas observaciones, se ha comprobado que la estructura de este tipo de materiales corresponde a un conjunto de granos abrasivos unidos por "puentes" de vidrio aglomerante; el vidrio aglomerante "moja" la superficie de los granos. Aparecen también, entre granos y aglomerante, poros. Existen, por consiguiente, tres componentes: grano abrasivo, vidrio aglomerante y porosidad. Tanto la fase sólida como la fase gaseosa son continuas. Se puede considerar como única la porosidad abierta o aparente, ya que la porosidad cerrada, que se observa en el interior de los granos de alúmina, es muy pequeña.

Una simplificación de esta estructura es considerar los granos como esferas de igual diámetro. Dos de estas esferas tangentes se encuentran unidas por un puente de vidrio aglomerante, el cual, durante la cocción, forma un menisco entre las dos partículas.

6. Relación entre la proporción de los constituyentes,  
Número de coordinación y el ángulo de mojado.

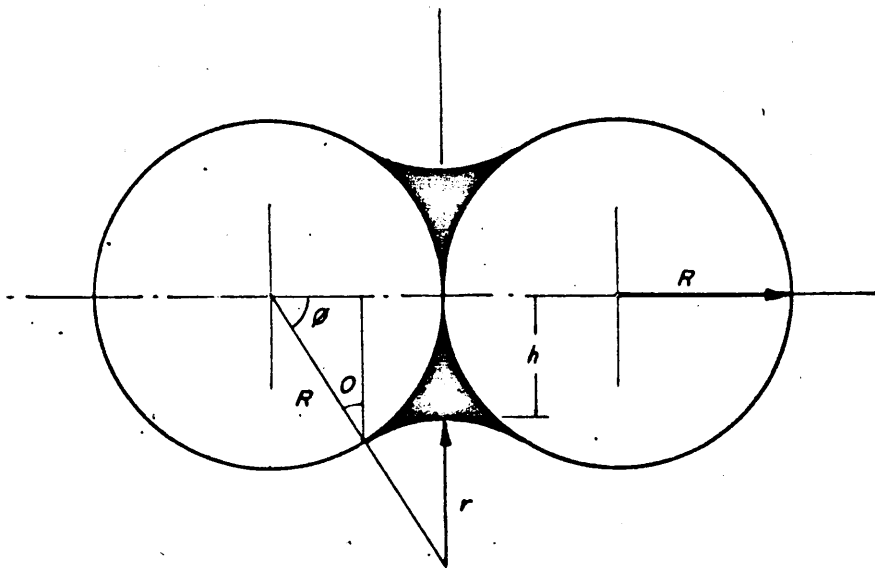


FIGURA NUM. 1 .- Modelo de microestructura: las dos partículas son aglomeradas por el menisco (zona oscura) de vidrio.

De acuerdo con la teoría de la sinterización de P.W. Clark y J.White (1) durante la cocción se manifiestan fuerzas de tensión superficial en el menisco del vidrio fundido que tienden a aproximar y sujetar a los dos granos (esferas tangentes de radio  $R$ , en la figura 1). Las

---

(1) "Some Aspects of Sintering" P.W.Clark and J.White.  
Trans. Brit. Ceram. Soc. 49 (7) 305-33 (1.950).

fuerzas de la tensión superficial son de naturaleza análoga a las que rigen los fenómenos de la capilaridad. Por consiguiente, la presión a través de la superficie curva capilar (casquetes) es igual al producto de la tensión superficial ( $\sigma$ ) por la diferencia entre los valores inversos de los radios de curvatura de la superficie cilíndrica ( $h$ ) y de la superficie esférica ( $r$ ). Por consiguiente:

$$\Delta\rho = \sigma \left( \frac{1}{r} - \frac{1}{h} \right) \quad [1]$$

En la práctica de las muelas abrasivas se conoce que no es conveniente añadir un exceso de vidrio aglomerante que obligue a separar a los granos. El límite de adición del vidrio aglomerante, sin que comiencen a separarse las esferas, será cuando  $\Delta\rho = 0$ , y por tanto,  $r = h$ .

En el trabajo mencionado de P.W.Clark y J.White, estos investigadores deducen una relación entre la proporción de vidrio aglomerante,  $V_a$ , abrasivo,  $V_c$  y el ángulo de contacto,  $\theta$ .

$$\frac{V_a}{V_c} = \frac{3n}{4} \left( \frac{1-x}{x} \right)^2 \left( 1 - \sqrt{\frac{1-x^2}{x}} \right) \quad [2]$$

siendo  $x = \text{sen } \theta$   
 $n = \text{índice de coordinación.}$

Por otra parte, se puede deducir la relación entre el radio del cuello cilíndrico,  $h$ , y el radio de la superficie de este cuello o puente de vidrio,  $r$ . En efecto, de la geometría de la figura núm. 1 se deducen las siguientes relaciones:

$$\frac{R}{R + r} = \frac{R \cos \theta}{h + r}$$

$$\text{tg } \theta = \frac{R}{h + r}$$

$$h + r = R \cos \theta + r \cos \theta = \text{tg } \theta (h+r) \cos \theta + r \cos \theta = \\ = \text{sen } \theta (h+r) + r \cos \theta .$$

$$1 = \text{sen } \theta + r \cos \theta / n + r = \text{sen } \theta + \frac{1}{h/r + 1} \cos \theta .$$

haciendo operaciones y despejando  $h/r$

$$\frac{h}{r} = \frac{\cos \theta}{1 - \text{sen } \theta} - 1 = \frac{x - 1 + \sqrt{1 - x^2}}{1 - x} :$$

es decir,

$$\frac{h}{r} = \frac{x - 1 + \sqrt{1 - x^2}}{1 - x} \quad [3]$$

Esta ecuación relaciona el radio,  $h$ , del cuello cilíndrico formado por el vidrio aglomerante y el radio,  $r$ , de la superficie lateral del cuello cilíndrico del vidrio aglomerante,  $\cos x = \sin \theta$ , siendo  $\theta$ , el ángulo de contacto.

Como es sabido, existen seis posibilidades de empaquetamiento u ordenación de un número de esferas idénticas, en el interior de un volumen fijo. Dentro de estas seis posibilidades se puede considerar, en una primera aproximación, que, en el caso del corindón grano 60, el empaquetamiento es cúbico. Esto se ha confirmado mediante medidas de porosidad de muelas comerciales y de probetas confeccionadas en el laboratorio, siempre con corindón grano 60. La porosidad obtenida da valores medios cercanos al 48 %, que se corresponde con un empaquetamiento cúbico. Por consiguiente, el índice de coordinación,  $n$ , será 6. Sin embargo, con el fin de generalizar, se comentarán más adelante, páginas 40 á 46, los cinco modelos restantes. Volviendo al modelo cúbico, puede comprobarse que combinando las ecuaciones [2] y [3] y dando al índice de coordinación,  $n$ , un valor de 6, se puede encontrar una función del tipo

$$h/r = f(V_a/V_c) \quad [4]$$

Dando valores a la ecuación [4] se puede representar esta función gráficamente, según se representa en la figura 2.

Al observar esta figura se encuentra que para un valor de la proporción del aglomerante ( $V_a$ ) a grano abrasivo ( $V_c$ ) superior á 0,284, los granos comenzarían a separarse. Efectivamente en las composiciones reales de las muelas abrasivas de estructura normal no suele separarse este valor. Esto da una impresión del valor del modelo de microestructura propuesto.

En este caso se ha considerado un ángulo de contacto,  $\theta$ , igual a 0 (mojado perfecto).

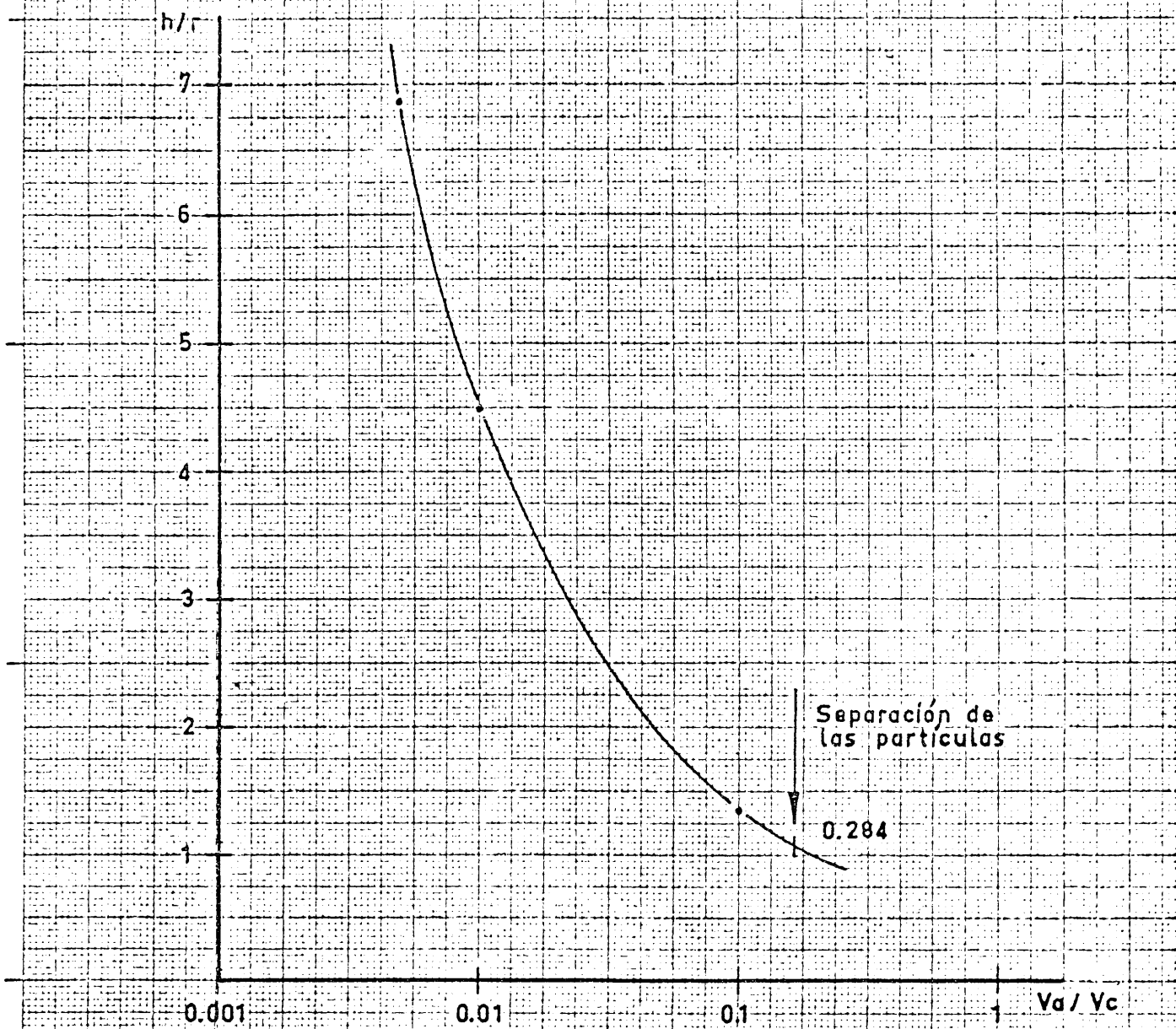


fig. 2

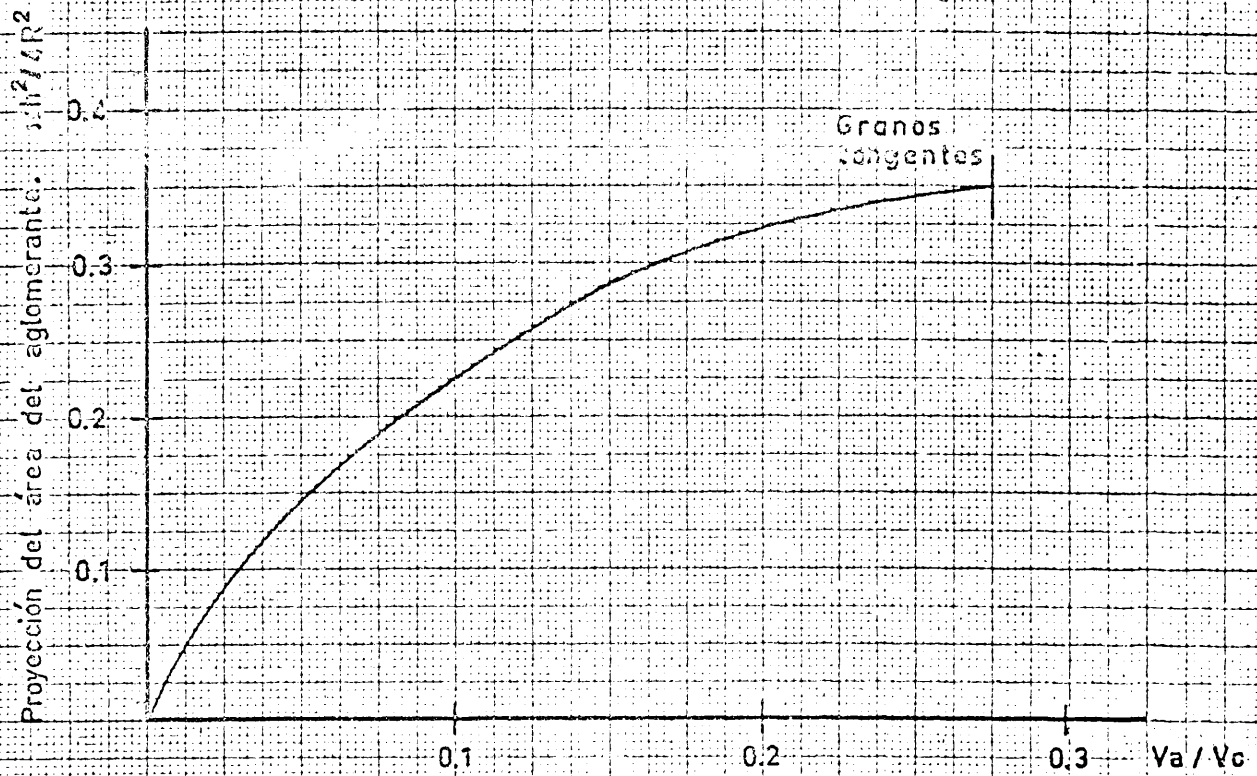
Disminución del valor de  $h/r$  al aumentar  $V_a/V_c$ .

7. Area relativa de la sección proyectada del cuello  
o menisco de vidrio.

Junto con el ángulo de contacto y el diámetro del grano, juega un papel muy importante el área de la sección del menisco, o mejor, el área relativa al radio del grano, es decir, el valor de  $h/R$ . Este valor se puede deducir fácilmente por inspección de la geometría de la figura 1.

Las ecuaciones [2] y [3] deducidos antes (página 30 y 31) permiten expresar el área proyectada relativa al radio del grano de la sección del aglomerante,  $\pi h^2/4R^2$ , en relación con la proporción de volúmenes de aglomerante y grano,  $V_a/V_c$  (fig. 3).

Este área de la sección proyectada del menisco de vidrio es de utilidad para relacionarla con las medidas de conductividad térmica y de resistencia mecánica.



• fig. 3

Relación entre el área de la proyección del menisco aglomerante y la proporción de aglomerante y de grano abrasivo,  $V_a/V_c$ .

8. Grado de dureza.

Actualmente se utiliza, dentro de la práctica abrasivista, un concepto de difícil definición: "grado de dureza", G, la cual no hay que confundir con la dureza propia del grano abrasivo. Este "grado de dureza" se puede expresar como la resistencia que opone el vidrio aglomerante a que se desprenda el grano durante el proceso de abrasión. Las Normas, tanto la americana, como las DIN 69100, emplean una escala de grados de dureza impuesta por la práctica, definida por letras.

La escala definida por estas letras, desde un grado de dureza muy blando, E, hasta el extremadamente duro, Z, es arbitraria.

---

Norma DIN 69100 sobre escala de durezas

---

Muy blanco .....	E	F	G	
Blando .....	H	I	J	K
Mediano .....	L	M	N	O
Duro .....	P	Q	R	S
Muy duro .....	T	U	V	W
Extremadamente duro .....	X	Y	Z	

---

Puede decirse que el gran número de combinaciones que utiliza la industria abrasiva responde a la necesidad de disponer de estos diferentes grados de dureza.

Prescindiendo de esta escala práctica, se intentará a continuación penetrar algo más en el concepto físico del "grado de dureza", con el cual se quiere significar la propensión de los granos individuales a desprenderse, durante el proceso de abrasión, al serles aplicada una carga determinada.

El único intento que se conoce para tratar de dar unas bases conceptuales al "grado de dureza" se debe a W.D.Kingery, Almitra P.Sidhwa y A.Waugh, los cuales, aplicando un modelo de microestructura correspondiente a un empaquetamiento cúbico, calculan la fuerza aplicada necesaria para producir la fractura y hacen el supuesto de que la carga sobre un grano particular es inversamente proporcional al número de granos en la superficie de contacto. Definen entonces un "factor analítico de grado",  $G$ , con un valor de  $G = \pi h^3 / 8R V_c$ , siendo  $h$  el radio menor de la superficie cilíndrica del menisco de vidrio que une las partículas,  $R$  el radio de la partícula y  $V_c$ , la proporción del volumen de corindón. No parecen muy consistentes estos razonamientos y los cálculos que de ellos se derivan, debido, principalmente, a que el empaquetamiento de los granos que constituyen un cuerpo abrasivo no tiene porque se exclusivamente cúbico, así como, el grano que se desprende puede estar sujeto a uno, dos, tres, ...  $(n-1)$ , meniscos o puentes de vidrio, debiendo, en cada caso,

aplicarse un razonamiento particular, con lo que se complica considerablemente el problema. Este se agudiza aún más, al pensar que, aún fijando el número de puentes o meniscos que sujetan el grano, la superficie libre de éste va aumentando durante el proceso de abrasión; en efecto, el vértice o arista del grano que corta, se va puliendo, con lo que, al ir aumentando la superficie de fricción, va aumentando la fuerza aplicada al mismo, hasta un momento en que sobrepasará la carga máxima admisible que permita la rotura total de los puentes o cuellos de vidrio, desprendiéndose entonces el grano, y apareciendo otro nuevo con un nuevo perfil de corte.

El problema es, por consiguiente, de una dificultad que supera el cálculo elemental con el que Kingery y colaboradores del MIT, pretendieron abordarlo; ello explica, entre otras circunstancias, las dificultades con que se encontraron estos investigadores, al pretender adecuar sus interpretaciones teóricas con la realidad de sus experiencias prácticas.

Por otra parte, de los anteriores razonamientos se desprende que son mucho más ricas e importantes las posibilidades de obtener diferentes grados de dureza que las que, en una primera impresión, se deducen al observar la NORMA DIN 69100 y similares, las cuales presentan un indiscutible valor práctico de sistomatología, pero, a nuestro parecer, es un esquema demasiado rígido y ya superado por las posibilidades tecnológicas del actual momento abrasivista, por lo que convendría su revisión. Estos hechos tienen una comprobación real en la Parte Experimental.

Estudio en particular de los factores de caracterización de la microestructura propuesta.

Es necesario señalar el hecho de que la mayor parte de la revisión bibliográfica que a continuación se expone ha sido seleccionada de otras tecnologías, adecuándola convenientemente al estudio preliminar de los factores de caracterización de la microestructura de los abrasivos aglomerados, no siendo conocido por nosotros ningún intento similar en el campo abrasivista.

En las páginas anteriores se ha descrito un modelo simplificado de la microestructura del corindón aglomerado para usos abrasivos. Así mismo se dedujeron, tomando como base un modelo propuesto, unas relaciones entre la proporción del vidrio aglomerante y del grano de corindón ( $V_a/V_c$ ), ángulo de contacto,  $\theta$ , con que el menisco de vidrio moja al grano y tamaño de grano,  $R$ . El problema queda, por consiguiente, implícitamente planteado en el conocimiento de estos factores fundamentales de caracterización y sus relaciones mutuas, en la figura núm. 4 se da un esquema de estos conceptos.

En las páginas que siguen se continúa la introducción, extendiéndose sobre estos factores de caracterización y dando unas bases teóricas a las técnicas de medida de la estructura (ensayos de conductividad térmica y de la resistencia mecánica).

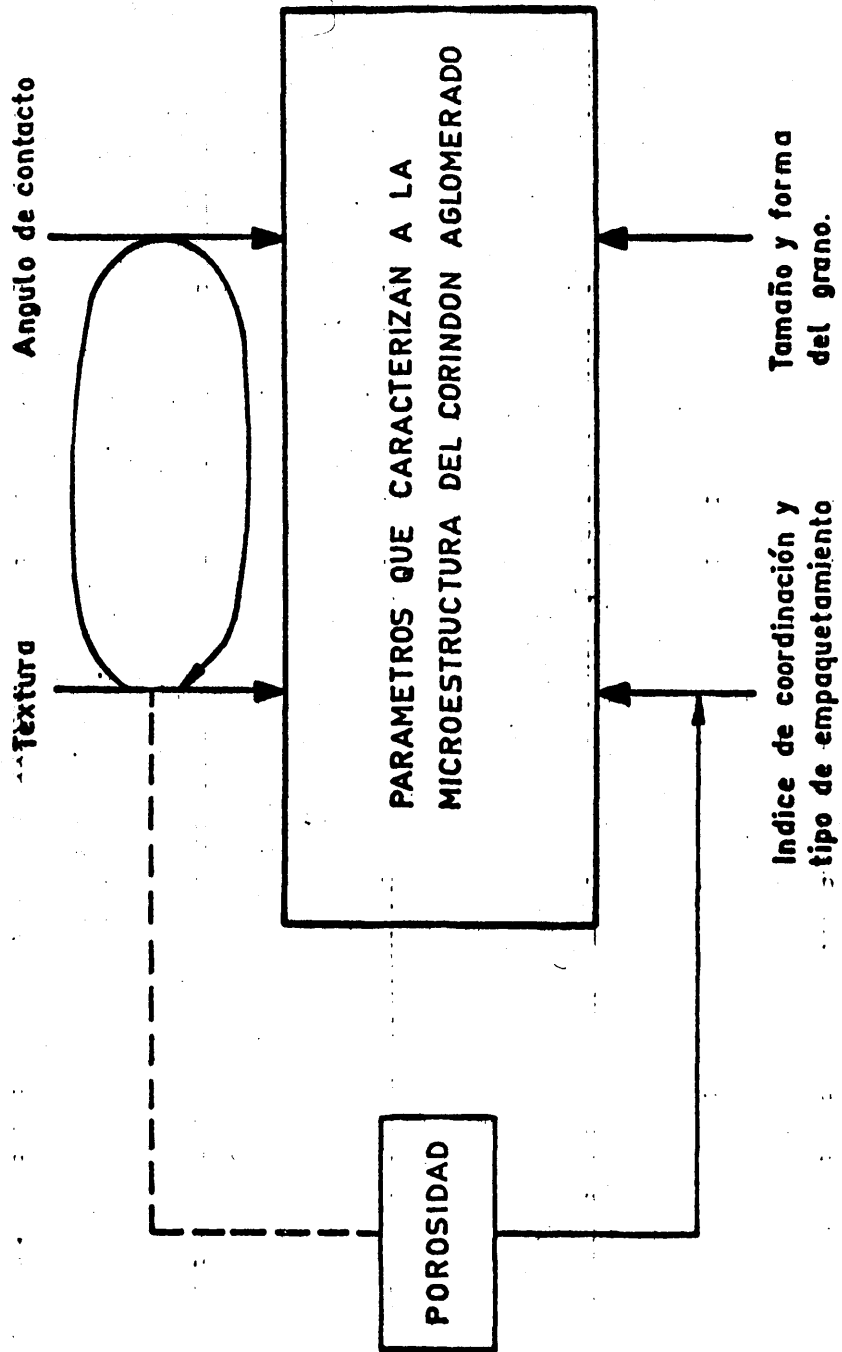


fig. 4

PARAMETROS QUE CARACTERIZAN A LA MICROESTRUCTURA DEL CORINDON AGLOMERADO

### Tamaño de grano.

Los fabricantes de corindón artificial proporcionan éste en fracciones de granos típicas, previamente establecidas las granulometrías según Normas. Estas fracciones se denominan por un número característico, por ejemplo, 24, 60, 80, etc.; este número característico se deriva del número total aproximado de granos de un tamaño dado que ocupan una pulgada lineal.

Los tamaños de grano que se emplean son las siguientes:

---

De tosco a fino					
8	16	36	70	120	240
10	20	46	80	150	280
12	24	54	90	180	320
14	30	60	100	220	400
					500

---

Los tamaños de grano más universales en el caso del corindón, están en el intervalo de 24 á 80, en especial el grano núm. 60, que es el elegido en la presenta investigación.

Hay que hacer notar que los fabricantes de granos abrasivos han tratado siempre de evitar el uso de un número elevado de granos diferentes, aceptando la práctica

recomendada en la tabla anterior.

### Forma del grano.-

Recordaremos como al estudiar el modelo de microestructura se acomodaba el grano a una esfera de diámetro constante. Por lo tanto, surge inmediatamente la cuestión de como determinar este tamaño de grano.

Así mismo, está claro que a pesar de la simplificación propuesta, la forma del grano abrasivo, por su naturaleza no es nunca esférica, por lo que nos veremos obligados, si se quiere adecuar la realidad con el modelo propuesto, a disponer de unos factores correctivos de forma volumétricos.

Como es sabido, el tamaño de una partícula se puede definir por la distancia media entre dos puntos de partícula (diámetro estadístico). En el caso de efectuar un análisis de tamizado, el tamaño se expresa en términos de las dimensiones de una luz de malla,  $A$ , esto es, el diámetro de una esfera que pase justa por esta abertura.

Si se supone que sea  $V$ , el volumen medio de la partícula, se ha comprobado experimentalmente que la relación,  $V/d^3$ , es constante, para el caso de partículas irregulares. Análogamente, es constante la relación  $S/d^3$ . Supuesto esto, se definen como factores de forma volumétrico,  $\alpha_v$ , y superficial,  $\alpha_s$ , a los valores dados por las siguientes expresiones:

Superficie media de la partícula,  $S = \alpha_s \cdot dp^3$ .

Volumen medio de la partícula,  $V = \alpha_v \cdot dp^3$ .

siendo  $dp$ , el valor obtenido para determinaciones microscópicas (diámetro medio proyectado), o bien por análisis de tamizado. La relación entre estos dos diámetros, tiene para diversos materiales, y entre ellos el corindón, el valor de 1,4. En el presente trabajo se representará por  $A$  a la abertura de malla, que se mide en el tamizado, y por  $dp$ , el diámetro medio proyectado, que se mide por observación microscópica.

Con el fin de adecuar al modelo de microestructura propuesto la realidad de la forma del grano abrasivo, es primordial transformar los diámetros medios, por ejemplo el  $dp$ , en el diámetro equivalente,  $d_e$ , de la esfera ideal. Así mismo, esto es útil desde el punto de vista de poder efectuar una comparación normalizada de los diferentes tamaños de las partículas.

Para calcular el diámetro medio equivalente,  $d_e$ , en función del diámetro medio proyectado,  $dp$ , se procederá de la siguiente forma:

Volumen medio de la partícula,  $V$

$$V = \frac{1}{6} \pi \cdot d_e^3, \text{ por otra parte, } V = \alpha_v \cdot dp^3$$

igualando se tiene:

$$\alpha v \cdot dp = \frac{1}{6} \pi d_e^3,$$

y despejando:

$$d_e = dp^3 \sqrt{\frac{6 \alpha v}{\pi}}$$

Si se quiere expresar  $d_e$ , en función de los datos obtenidos en un análisis de tamizado, recordando que la proporción de  $dp/A$  tiene un valor de 1,4, se tiene:

$$d_e = 1,4 A \sqrt{\frac{6 \alpha v}{\pi}}$$

$d_e$  = diámetro de la esfera de volumen equivalente.

$A$  = luz de malla.

Por lo tanto, el problema queda supeditado, no solo a conocer el tamaño de grano por análisis de tamizado, sino también el factor de forma volumétrico,  $\alpha_v$ , correspondiente. En el plan de trabajo se indica el mecanismo para la determinación experimental de estos dos factores.

La actual simbología de caracterización de estos materiales ignora estos factores volumétricos quizá por considerarlos constantes, sin embargo, se ha juzgado de interés el incorporar estos conceptos al campo abrasivista, lo que permitirá un mejor entendimiento del comportamiento de los granos de diferentes procedencias.

En el modelo propuesto para explicar la microestructura de las muelas abrasivas, se hizo, como simplificación, el supuesto de considerar un empaquetamiento cúbico, es decir, un índice de coordinación,  $n$ , igual a seis y un ángulo de contacto,  $\theta$ , con un valor cero (mojado perfecto del corindón por el vidrio aglomerante).

La práctica demuestra que esta simplificación es solo una aproximación, muy poco adecuada a la realidad. Por ello, en las siguientes páginas se discutirán y fundamentarán estos dos factores primarios de caracterización.

Número de coordinación, n, y porosidad: Generalización del modelo de microestructura.

El empaquetamiento cúbico, índice de coordinación, n, igual a seis, que se ha expuesto en las páginas anteriores corresponde a una disposición en la que los centros de las esferas son los vértices de las celdillas cúbicas, teniendo cada esfera seis puntos de tangencia (número de coordinación). Es evidente que si se selecciona cualquier otro tipo de los seis empaquetamientos normales se obtendrá un nuevo modelo del cual se pueden derivar nuevas relaciones matemáticas entre los parámetros estructurales.

A título de ejemplo se expone en la página siguiente una tabla de los posibles empaquetamientos, incluido el cúbico ya descrito, con sus principales parámetros caracterizadores.

De dicha tabla se pueden deducir las siguientes conclusiones:

1º. La porción más pequeña posible del empaquetamiento, que puede representar completamente la forma de ordenarse y distribuirse los poros a través del cuerpo, es una función del radio de la partícula; el múltiplo de ésta, representado por el cubo del radio, varía de acuerdo con los diferentes tipos de empaquetamiento; el tamaño del poro es también una función del radio de la partícula y del empaquetamiento.

Empaque- temiento.	Nº de co- ordina- ción, n	Volumen de la cel- da unidad	Volumen de la unidad de vacio.	% de po- rosidad.	Nº de es- feras por cm. cubi- co.	Total su- perficie esferas cm. cubico	Radio del circulo inscrito	Suma de las areas de los cir- culos, cm <sup>2</sup> .	Sección de las areas de cruce por, cm <sup>2</sup> .
Cúbico	6	8.00 R <sup>3</sup>	3.61 R <sup>3</sup>	47,64	125/R <sup>3</sup>	1.57/R	414 R	1347	2146
Ortorrómico (dos orien- taciones)	8	6.93 R <sup>3</sup>	2.74 R <sup>3</sup>	39,54	144/R <sup>3</sup>	1.812/R	414 R	1347	2146
Tetraédrico Esferoidal	10	6.00 R <sup>3</sup>	1.81 R <sup>3</sup>	30,19	167/R <sup>3</sup>	2.095/R	513 R	043	0930
Romboédrico (dos orien- taciones)	12	5.66 R <sup>3</sup>	1.47 R <sup>3</sup>	25,95	176/R <sup>3</sup>	2.220/R		Refe- rido a los poros	

Packing of homogeneous spheres, Phys. Rev. 34 (1920), 1271.

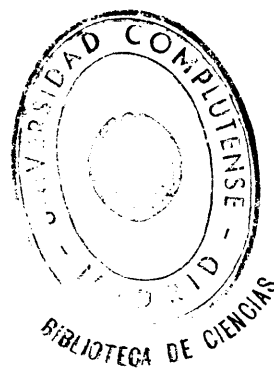
2º. Con respecto al modelo propuesto, este segundo punto nos indica que la mínima porosidad será del 25,95 % (empaquetamiento romboédrico).

En empaquetamientos experimentales, obtenidos por vibración prolongada de partículas esféricas, la porosidad obtenida es del 39,5 %, lo cual revela ocho puntos de contacto.

3º. La porosidad es inversamente proporcional al número de puntos de contacto por la esfera (columna cuarta de la tabla).

4º. La porosidad es independiente del tamaño de la partícula. Debido a que a cada tipo de empaquetamiento le corresponde un tanto por ciento de porosidad, la medida y conocimiento de ésta es un medio para fijar el índice de coordinación.

Las medidas efectuadas en la parte experimental de este trabajo, han comprobado la realidad del supuesto planteado, obteniéndose porosidades dentro del intervalo propuesto.



## Porosidad.-

No se conoce una definición completa que determine satisfactoriamente la estructura de un cuerpo poroso. Austin estudió casos límites, tales como una fase sólida continua conteniendo poros aislados, o bien, una fase continua sólida en la que solo existían puentes de contacto entre los granos sólidos.

La porosidad repercute esencialmente en las características y comportamiento durante su uso del producto terminado. Normalmente, junto con el tamaño, clase de grano, y grado de dureza, se suele dar un número de estructura o porosidad, el cual, dentro del simbolismo de las muelas abrasivas, se coloca a continuación de la letra que expresa el "grado de dureza" de la muela. Para designar la estructura, se emplea una escala de 0 á 12, con la que se establecen 13 valores de la porosidad, desde una porosidad pequeña, muelas muy densas (0, 1, 2, 3, etc.) hasta una porosidad elevada, muelas abiertas (12, 11, 10, etc.).

Como ejemplo práctico de lo expuesto, según las normas en uso, un espaciamiento de los granos (porosidad) como el correspondiente a un número de estructura 8, rinde óptimos resultados para amolar herramientas de corte, en combinación con un grano de corindón, tamaño núm. 60, aglomerado con vidrio.

Sin embargo, el hecho real es que no está suficientemente claro, desde el punto de vista del investigador, el que sean comparables, y, sobre todo, calculables, los

números de estructura que emplean los diferentes fabricantes, pues éstos se guardan mucho de no facilitar aclaración al respecto. Probablemente es completamente arbitraria la escala de porosidades adaptada al proceso tecnológico empleado por cada fabricante.

Si bien todo lo dicho se refiere a la porosidad natural o normal, es decir, al espacio hueco relativo al tamaño de los granos que queda entre los mismos y, que, como hemos dicho, se designa de cero á doce, se debe añadir, que existen también productos con una porosidad artificial o inducida, que se refiere a poros suplementarios, creados artificialmente por los procedimientos normales seguidos para la obtención de productos porosos. Generalmente, estas muelas se denominan "superporosas" y se designan del 13 al 20.

En la abrasión con superficies de contacto grandes se deberá escoger una estructura muy abierta, porosa; en cambio, con superficies de contacto pequeñas la muela deberá ser densa. La precisión y el acabado exigirán una estructura cerrada o mediana con el fin de mantener el perfil sobre todo si se tiene que sostener constante el radio de los cantos de la muela. El tipo de operación mecánica también fija la estructura que se deberá seleccionar al escoger una muela abrasiva, así por ejemplo, en el caso de un desbaste se empleará una porosidad media, y lo mismo para un rectificado cilíndrico; en cambio se precisará una gran porosidad, es decir, una estructura abierta para el amolado de superficies planas. Otro factor re-

lacionado con la selección de la estructura es la dureza del material que se desee amolar.

Lo dicho anteriormente pone de manifiesto la complejidad del problema de elección y diseño de una muela abrasiva, así como de la importancia que tiene el conocimiento de su porosidad.

#### Ángulo de contacto.

En la descripción del modelo de microestructura se definió y relacionó con los demás parámetros fundamentales de caracterización, el ángulo de contacto,  $\theta$ , con que el vidrio moja al grano de corindón. Así mismo, al aplicar el tipo de empaquetamiento cúbico, se hizo la simplificación de considerar un mojado total, dando un valor nulo al ángulo de contacto. No se intentó incluir entonces esta variable debido a las dificultades analíticas que esto entrañaba.

Sin embargo, el conocimiento y comprensión del por que y como moja el vidrio a los granos es, como puede comprenderse, de gran interés desde el punto de vista abrasivista, por lo que a continuación se exponen, brevemente, algunas ideas al respecto. En primer lugar, se recuerda el concepto de tensión superficial, relacionando a ésta con el ángulo de contacto (ecuación de Young) y se fijan los factores que determinan o modifican a este último

Los conceptos fundamentales que sobre el ángulo de contacto,  $\theta$ , se exponen seguidamente, se han tomado de

una serie de trabajos muy interesantes sobre la capacidad de mojado de los metales nobles por ciertos esmaltes. De estas experiencias se deduce la conclusión de que, por un mecanismo similar, se puede intervenir sobre el ángulo de contacto. La experiencia ha comprobado con éxito estos supuestos.

### Tensión superficial y ángulo de contacto.

Como ya se ha dicho, el ángulo de contacto está determinado por las energías superficiales en las interfases líquido-gas,  $\gamma_{lg}$  (tensión superficial del líquido); sólido-líquido,  $\gamma_{sl}$ ; y sólido-gas,  $\gamma_{sg}$ .

Los enlaces químicos (iónicos, covalentes, metálicos o de Van der Waals) insatisfechos, que pueden encontrarse en la superficie de la fase aumentarán la tensión superficial del sólido en el aire.

En los esquemas de la página siguiente se indica el concepto del ángulo de contacto,  $\theta$ , que se puede definir como el formado por la línea determinada por la interfase sólido-líquido y la línea que, tangente a la fase líquida, pasa por un punto de coincidencia de las tres fases: sólido, líquido y gas.

El ángulo de contacto se interpreta analíticamente basándose en la ecuación de Young. Haciendo un balance de fuerzas en el punto de contacto de las tres fases, se tiene:

$$\vec{\gamma}_{sg} = \vec{\gamma}_{sl} + \vec{\gamma}_{lg} \cos \theta$$

Esta ecuación es una representación vectorial de los componentes horizontales de las fuerzas que actúan en el punto de contacto de las tres fases.

Es más conveniente emplear la ecuación de Young en la forma:

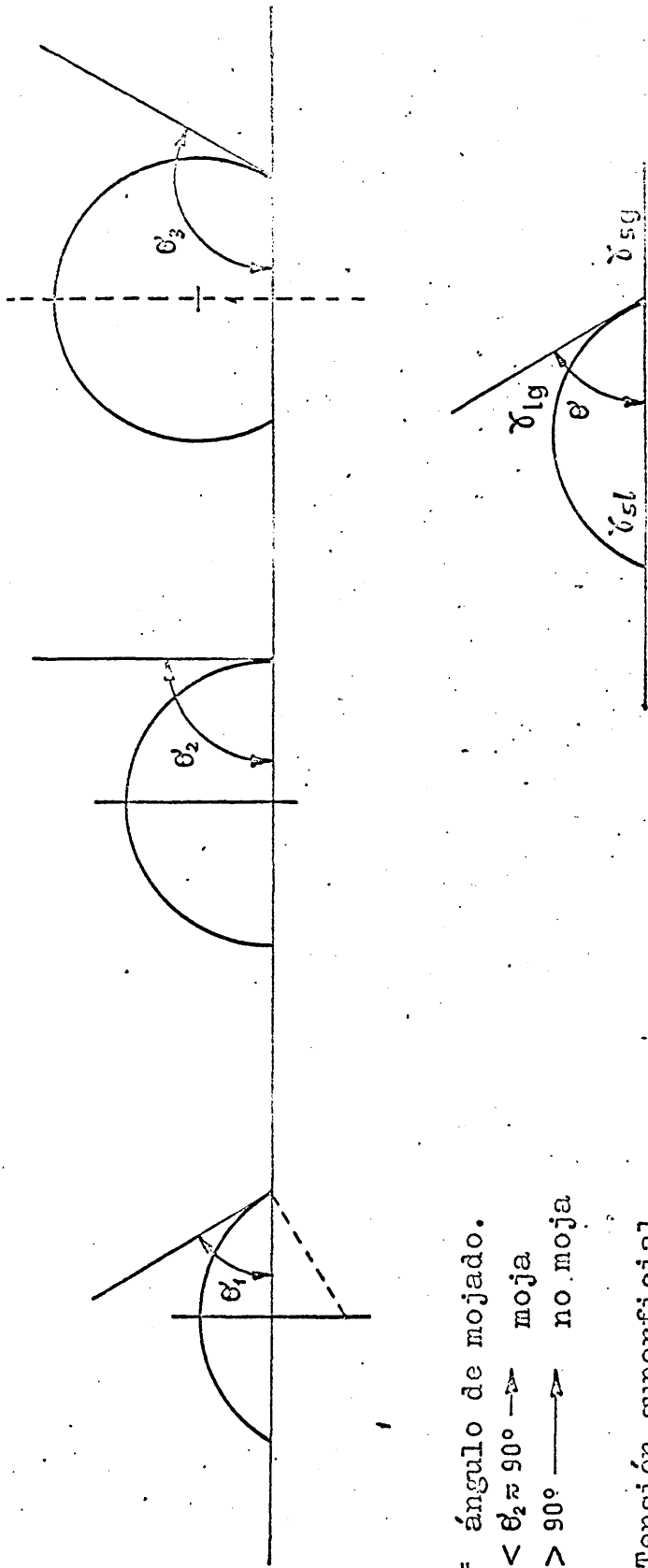
$$\vec{\gamma}_{sg} - \vec{\gamma}_{sl} = \vec{\gamma}_{lg} \cos \theta$$

Para esta ocasión solo es aplicable en este caso cuando  $\vec{\gamma}_{sg} - \vec{\gamma}_{sl} \leq \vec{\gamma}_{lg}$ , pues a medida que la diferencia  $\vec{\gamma}_{sg} - \vec{\gamma}_{sl}$  se iguala a la tensión superficial del líquido,  $\vec{\gamma}_{lg}$ , la superficie de éste tiende a sumentar, hasta llegar a un máximo en el que se efectúa un mojado completo (ángulo de contacto igual a cero).

Despejando el  $\cos \theta$  en la ecuación anterior:

$$\cos \theta = \frac{\vec{\gamma}_{sg} - \vec{\gamma}_{sl}}{\gamma_{lg}} \geq 1,$$

se pone de manifiesto que para los ángulos inferiores a los 90° el líquido mojará al sólido, por consiguiente, será siempre conveniente la disminución del ángulo  $\theta$ . Esto se consigue aumentando el valor del  $\cos \theta$ , para lo cual, o bien aumentamos el valor de la diferencia,  $(\gamma_{sg} - \gamma_{sl})$  o bien disminuimos el valor de  $\gamma_{lg}$ . Lo primero se alcanza con el uso de aditivos en la fase líquida



$\theta$  = ángulo de mojado.

$\theta_1 < \theta_2 \approx 90^\circ \rightarrow$  moja

$\theta_3 > 90^\circ \rightarrow$  no moja

$\gamma$  = Tensión superficial

$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cos \theta'$$

$$\cos \theta' = \frac{\gamma_{sg} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lg}}$$

aumenta el mojado  $\rightarrow$   $\theta'$  disminuye  $\rightarrow$  aumenta  $\cos \theta'$

$\rightarrow$  aumenta  $(\gamma_{sg} - \gamma_{lg})$  (acción de aditivos)

$\rightarrow$  disminuye  $\gamma_{sl}$  (acción de atmósferas)

fig. 5 .- Esquema ilustrativo de los conceptos de ángulo de mojado y tensión superficial.

que disminuye  $\gamma_{sl}$ ; un cambio en la fase gaseosa disminuirá  $\gamma_{lg}$ . En el esquema de la figura 5 se representan gráficamente estas ideas.

#### Factores que afectan al ángulo de contacto.

De acuerdo con la isoterma de adsorción de Gibbs, en la superficie de un líquido con más de un componente se acumularán las moléculas que proporcionan una mínima energía superficial (por ejemplo, moléculas con bajo potencial iónico). Estos componentes, que disminuyen la tensión superficial, se denominan "activos superficialmente".

Los iones muy polarizables se alinean en la superficie de la fase líquida de forma que disminuyen el potencial iónico que actúa sobre ellos, y por lo tanto, reducen la tensión superficial. Por otra parte, el potencial iónico de los átomos se reduce con el aumento del tamaño atómico, trasladándose de la izquierda a la derecha o de arriba hacia abajo del sistema periódico de los elementos.

Una cantidad muy pequeña del agente activo actúa considerablemente en la fase principal líquida debido a que se concentra en la superficie.

Como aditivos más apropiados para disminuir la tensión superficial de los vidrios, se emplean los siguientes óxidos: trióxido de molibdeno, trióxido de wolframio, óxido arsenioso, pentóxido de vanadio, etc.

La rugosidad afecta también al ángulo de contacto, El efecto, suponiendo que tenemos una gota de vidrio fundido sobre una superficie rugosa, entonces, en el caso de ángulos menor de  $90^\circ$ , el ángulo aparente de mojado será menor. Por el contrario, el ángulo aparente de mojado aumentará cuando el ángulo sea mayor de  $90^\circ$ .

Fundamentos de las técnicas de caracterización de la estructura.

En el presente trabajo, se han empleado como métodos de caracterización de la estructura, dos técnicas, una no destructiva: medida de la conductividad, y otra destructiva: medida de la resistencia mecánica.

A continuación se recordarán, esquemáticamente, los fundamentos de estas dos técnicas de caracterización, con lo cual se pretende una mejor comprensión del planteamiento y desarrollo del trabajo experimental efectuado.

I) Conductividad térmica.

De forma similar a lo que ocurre con otros materiales cerámicos, los de corindón aglomerado exigen, para su mejor comprensión, un conocimiento de los factores que condicionan su conductividad térmica, tales como la temperatura, composición y porosidad.

a). Efecto de la temperatura.

La primera contribución al estudio de la conductividad térmica se debe a Debye, el cual, en el año 1.914; propuso la ecuación básica:

$$k = \frac{1}{16 \pi^3} \cdot \frac{3}{3 \alpha^2 + 1} \cdot \frac{\rho \cdot 5}{x_0 - v^4} \cdot \frac{C}{k_0 \cdot T}$$

en la que:

$k$  = conductividad térmica.

$$\alpha = \frac{x_t \cdot \rho_0}{x_0 \cdot \rho_t}$$

$\rho$  = densidad del material.

$\nu$  = frecuencia de las ondas de calor.

$c$  = calor específico del material.

$x_0$  = compresibilidad del material.

$k_0$  = constante de Boltzmann.

$T$  = temperatura absoluta.

La principal dificultad de esta ecuación se encuentra en la evaluación de las constantes implicadas. De la inspección de la ecuación se desprende que la conductividad tiene un valor máximo para una temperatura determinada, en cada sustancia, lo cual ocurre para un valor de ésta de 0,28 veces la temperatura de Debye (1). Efectivamente, en el caso de que el calor específico varíe con el cubo de la temperatura en la región del cero absoluto, la conductividad variará con el cuadrado de la temperatura. Por otra parte, por encima de la temperatura de Debye, el calor específico es aproximadamente constante, con lo que la conductividad variará, a temperaturas elevadas en razón inversamente proporcional con la temperatura.

---

(1) Se recordará que la temperatura de Debye corresponde al valor  $h \cdot \nu / k_0$ , siendo  $h$  la constante de Plank,  $\nu$  la frecuencia de la oscilación natural y  $k_0$  la constante de Boltzmann.

b). Efecto de la composición.

Basándose en el concepto de considerar a un sólido como un sistema de oscilaciones acopladas que transmiten las ondas termoelásticas, Debye propuso su ecuación:

$$k = \frac{1}{4} \cdot \rho \cdot c \cdot v \cdot \lambda$$

$k$  = coeficiente de conductividad térmica.

$\rho$  = densidad.

$v$  = frecuencia de la oscilación natural.

$c$  = calor específico.

$\lambda$  = recorrido libre medio de las ondas.

De esta ecuación se puede deducir que cualquier factor que disminuye el recorrido libre medio,  $\lambda$ , de las ondas termoelásticas, disminuirá a su vez la conductividad térmica. La mayoría de estos factores han sido ya estudiados por Eucken y Austin. Se puede considerar que los factores que principalmente pueden afectar este recorrido libre medio de las ondas son la simetría y el orden del reticulado cristalino. Las formas cristalinas más complejas tienen un simple reticulado cúbico. Las estructuras del tipo de los vidrios, los cuales tienen una estructura determinada, puede predecirse, de acuerdo con la teoría de Debye, que tendrán una muy baja conductividad térmica. Por otra parte, es indudable la correlación existente entre los demás parámetros implicados en la fórmula de Debye y la composición.

c). Efecto de la porosidad.

Eucken y Russel han desarrollado sus respectivas teorías basándose en las relaciones de Maxwell. Consideraron poros esféricos o cúbicos, isotérmicos. En sus ecuaciones se precisa la influencia que tienen la conductividad relativa del aire y del sólido, así como la proporción en que influyen ambas fases.

Un camino diferente es el seguido por Ribaud, el cual también considera poros cúbicos isométricos.

Son notables los trabajos de Austin y Barret. El primero hizo un resumen de los principios establecidos, comparando éstos entre sí y correlacionándolos con los datos de la bibliografía; asimismo efectuó medidas con sílice y ladrillos de diatomeas. Una de las dificultades más importantes de este trabajo fué la carencia de valores exactos de la conductividad para una porosidad cero. Barret por su parte consideró la influencia que tiene la orientación de los poros sobre la conductividad, observando variaciones de hasta el 20 % en la conductividad de ladrillos aislantes de arcilla.

En la tabla 1 se ordenan las ecuaciones consideradas.

Kingery y sus colaboradores encontraron experimentalmente que para materiales refractarios y para temperaturas inferiores a los 500 °C, la conductividad térmica se rige por la ecuación:  $k_m = k_s(1-P)$ , en donde  $k_s$  es el valor de la conductividad a porosidad cero y P es el valor

<p>H. V. Russel "Principles of Heat Flow in Porous Insulators". J. Am. Ceram. Soc. 18 (1) 1-5 (1935)</p>	$k_p = k_s \frac{p^2/3 + Q(1-p^2/3)}{p^2/3 - P + Q(1-p^2/3 + P)}$	<p><math>k_p</math> = conductividad de la muestra, con porosidad. <math>k_s</math> = conductividad a la porosidad cero.</p>
<p>A. Bucken "Thermal Conductivity of Ceramic Refractory Materials: Calculation from Thermal Conductivity of constituents" Ceram. Abst. 11 (11) 576 (1932) Ceram. Abst. 12 (6) 231 (1933)</p>	$k_p = k_s \frac{1+2P \frac{1-Q}{2Q+1}}{1-P \frac{1-Q}{2Q+1}}$	<p><math>k_a</math> = conductividad del aire. <math>P</math> = fracción volumétrica de poros. <math>Q</math> = <math>k_g/k_a</math></p>
<p>M. Ribaud "Theoretical Study of Thermal Conductivity of Porous and Pulverulent Materials" Chaleur &amp; Ind. 18, 36-43 (1937)</p>	$k_p = k_a \left( \frac{p^2}{3} + k(1-p^2/3) \right)$	

TABLA NUM. 1 .- Revisión de las expresiones más empleadas, que relacionan la conductividad térmica y la porosidad.

de la porosidad. Esta ecuación es la que se aplicará a los cálculos correspondientes a nuestra labor experimental.

Por último, para una porosidad dada, es notable la repercusión que sobre estas medidas de conductividad tiene la orientación, tamaño y distribución de los poros.

## II). Resistencia mecánica.

La resistencia mecánica a la compresión es un factor de gran interés en la tecnología de los materiales abrasivos puesto que proporciona información sobre el comportamiento posterior de estos materiales durante su uso.

La naturaleza de la resistencia a la compresión, es de carácter estadístico según se deduce de la teoría de Griffith sobre la fractura. Esto explica la dispersión que normalmente se encuentra en los resultados que se obtienen en los ensayos de compresión.

R.L.Coble y W.D.Kingery (1) prepararon estructuras porosas con fase sólida continua de alúmina, encontrando que el efecto de la porosidad sobre la resistencia de la estructura a la compresión, viene expresado por la ecuación experimental:

$$0,6 P = \phi - \phi/8.000 (1-P)$$

---

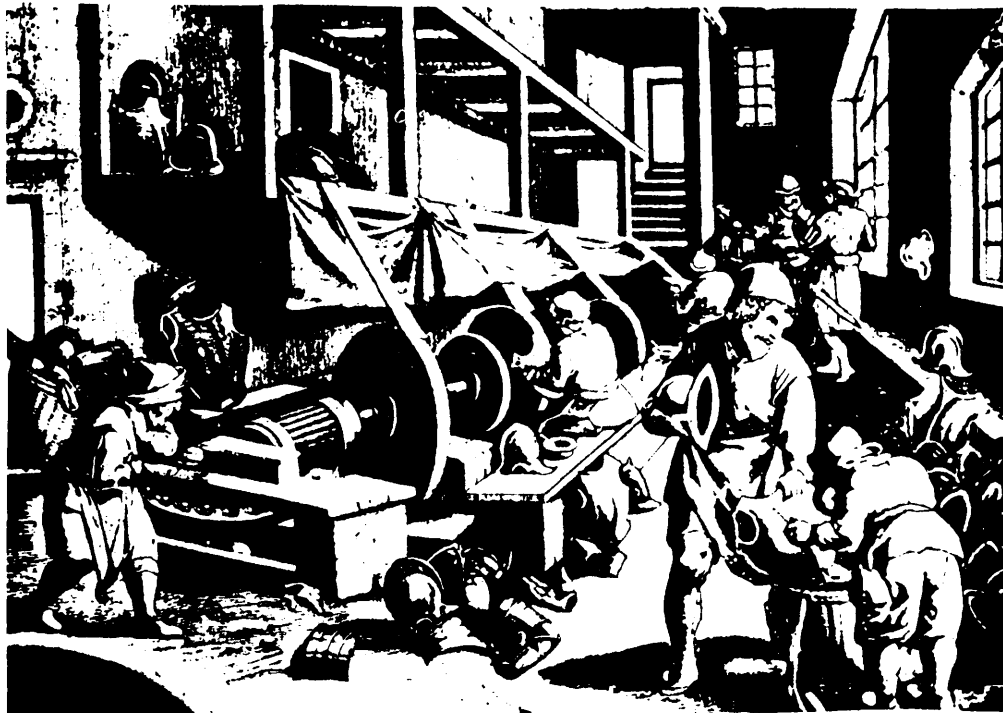
(1) Effects and Porosity on Physical properties of Sintered alumina.

on la que:

$P$  = porosidad.

$p$  = base de logaritmos neperianos.

$\sigma$  = carga de rotura.



Taller para el pulido de armaduras y pertre-  
chos guerreros de la Edad Media.



II - PARTE EXPERIMENTAL



## I. Antecedentes.

En la Introducción se propuso un modelo muy elemental para aplicarlo a la microestructura de las muelas abrasivas. De este modo, se dedujeron y relacionaron matemáticamente entre sí unos factores primarios de caracterización, quedando, por consiguiente, implícitamente planteado el problema. El plan de trabajo a realizar deberá, por lo tanto, extenderse a efectuar una serie de experiencias encaminadas a la puesta a punto de técnicas que permitan el conocimiento de estos factores de caracterización, que son los siguientes:

- A. Tamaño de grano y factores de forma.
- B. Tipo de empaquetamiento e índice de coordinación.
- C. Capacidad de mojado del corindón por el vidrio aglomerante.
- D. Estudio de textura: conductividad térmica y resistencia mecánica.

En efecto, el tamaño de grano informará sobre el radio o diámetro de la partícula. El tipo de empaquetamiento vendrá impuesto por la porosidad, pudiéndose, conocida y controlada ésta, intervenir sobre el índice de coordinación,  $n$ . El ángulo de contacto,  $\theta$ , podrá ser conocido y, también, controlado mediante el estudio experimental de como y por que moja el vidrio aglomerante a los granos de corindón, considerándose el efecto favorable de ciertos factores (tiempo, temperatura, aditivos, etc.). Por últi-

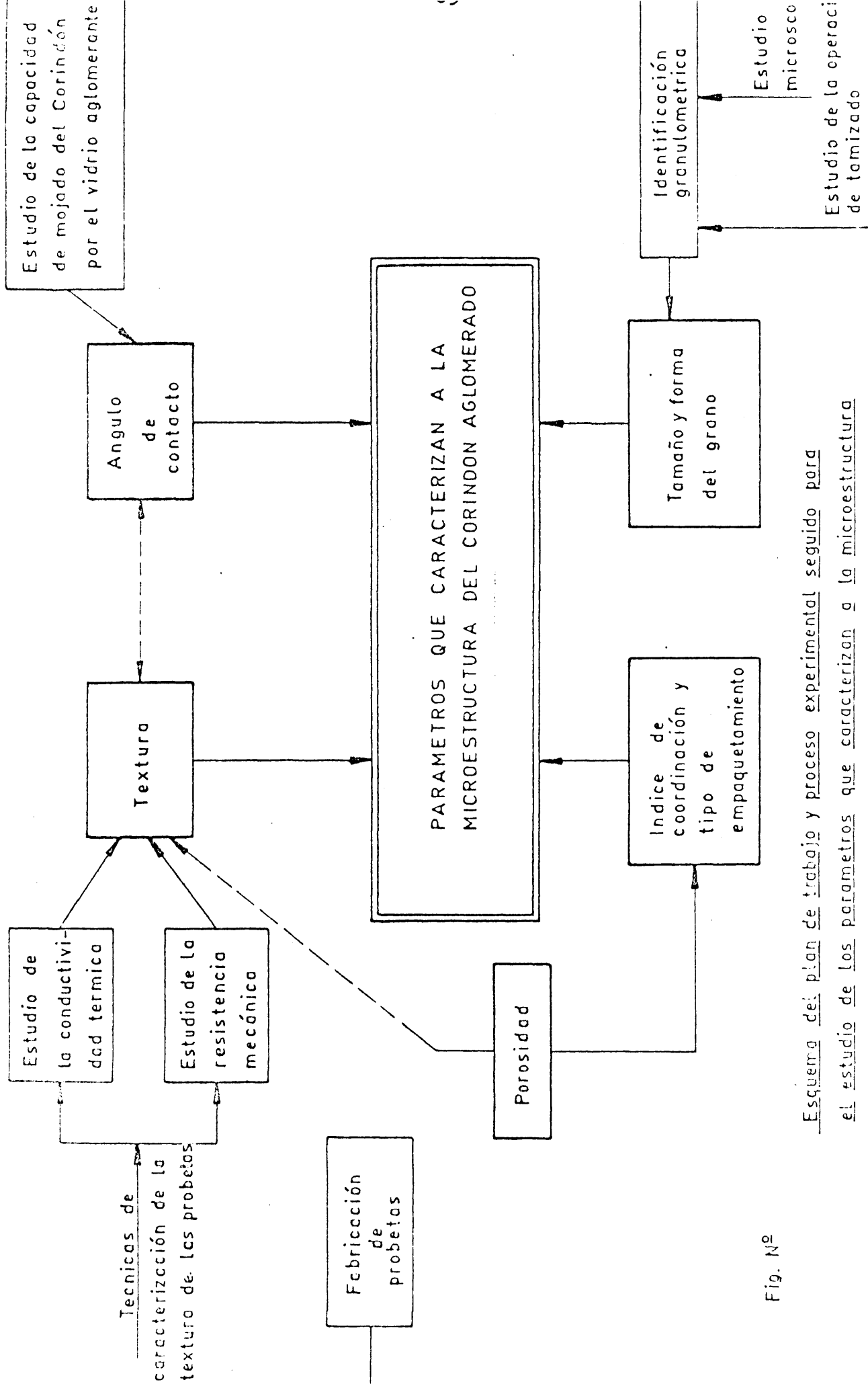
mo, será estudiada la textura, y en ella, el área de la sección proyectada del menisco de vidrio aglomerante, relacionándola con medidas de conductividad térmica y de resistencia mecánica. Para tener una clara visión de conjunto, véase la figura 6, en la que se da un esquema del plan de trabajo seguido en este estudio.

#### Materias primas empleadas en el proceso experimental.

Se ha estimado como uno de los puntos esenciales de este trabajo, la posibilidad de emplear materias primas nacionales. Como ya se ha dicho, los dos componentes fundamentales son el grano abrasivo, en nuestro caso el corindón, y el vidrio aglomerante.

En España existen actualmente varias casas fabricantes de corindón artificial. Habiendo solicitado muestras de sus productos e información técnica al respecto, solo recibimos atención por parte de la firma CORINDON ESPAÑOL, S.A., de Valencia.

Con respecto al vidrio aglomerante, se utilizó como tal un vidrio de borosilicato tipo pyrex.



Esquema del plan de trabajo y proceso experimental seguido para el estudio de los parámetros que caracterizan a la microestructura del Corindón aglomerado.

Fig. Nº



II.a - Tamaño y forma del grano.

Técnica de estudio:

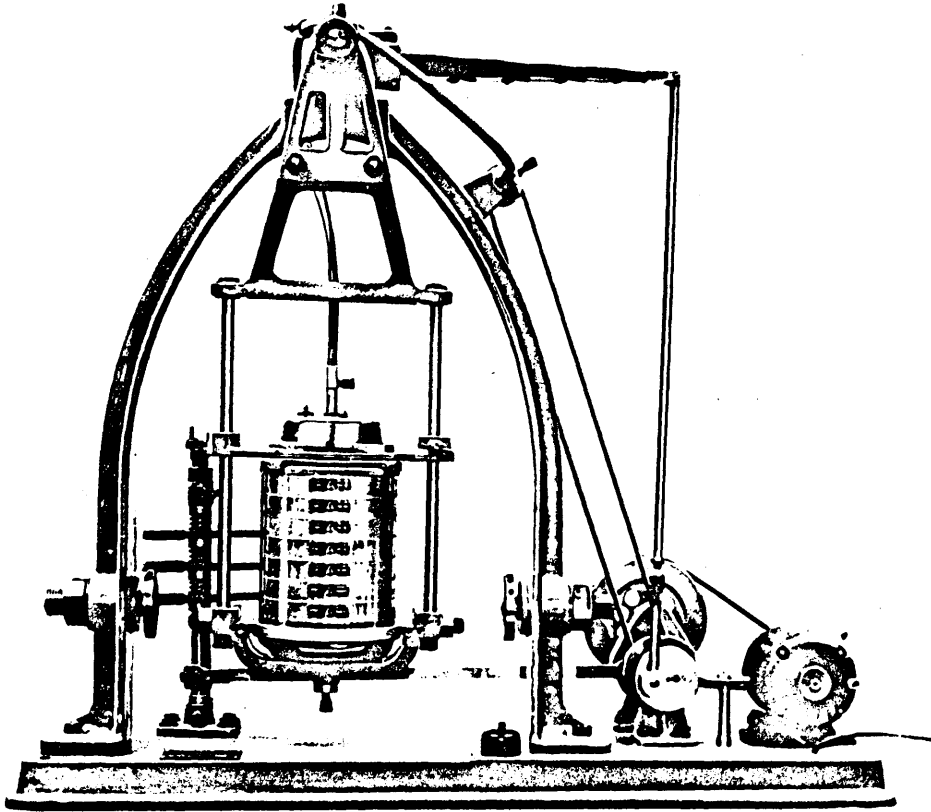
Tamizado

### Tamaño del grano.

El tamaño del grano es el primer parámetro caracterizador de la microestructura del corindón aglomerado que se considera; el orden de magnitud de los tamaños que se manejan en el corindón grano 60 y 24, exigen adoptar como método de identificación granulométrica el tamizado, operación muy conocida en las prácticas industriales, por lo que se ha limitado el estudio experimental de este parámetro caracterizador a la aplicación, limitaciones y crítica de la NORMA ASA MS-1932, de aplicación usual en los materiales refractarios. No obstante, debido a la importancia de este parámetro, se ha calculado el diámetro medio de la partícula. Por último, complementando este ensayo se discute y efectúan medidas sobre el efecto del tiempo y carga en la operación de tamizado del corindón grano núm. 60 y 24.

### Análisis granulométrico diferencial.

Para la operación de tamizado, se ha escogido una carga de 1.000 gramos de corindón, de las muestras, granos núms. 24 y 60. Se han secado á 100 °C y pesado con una precisión de 0,1 gr. La operación de tamizado se ha efectuado empleando una máquina automática de la Tonnindustrie. Diámetro de las telas: 200 mm.



FOTOGRAFIA NUM. 1

Máquina TONNINDUSTRIE empleada para el tamizado.



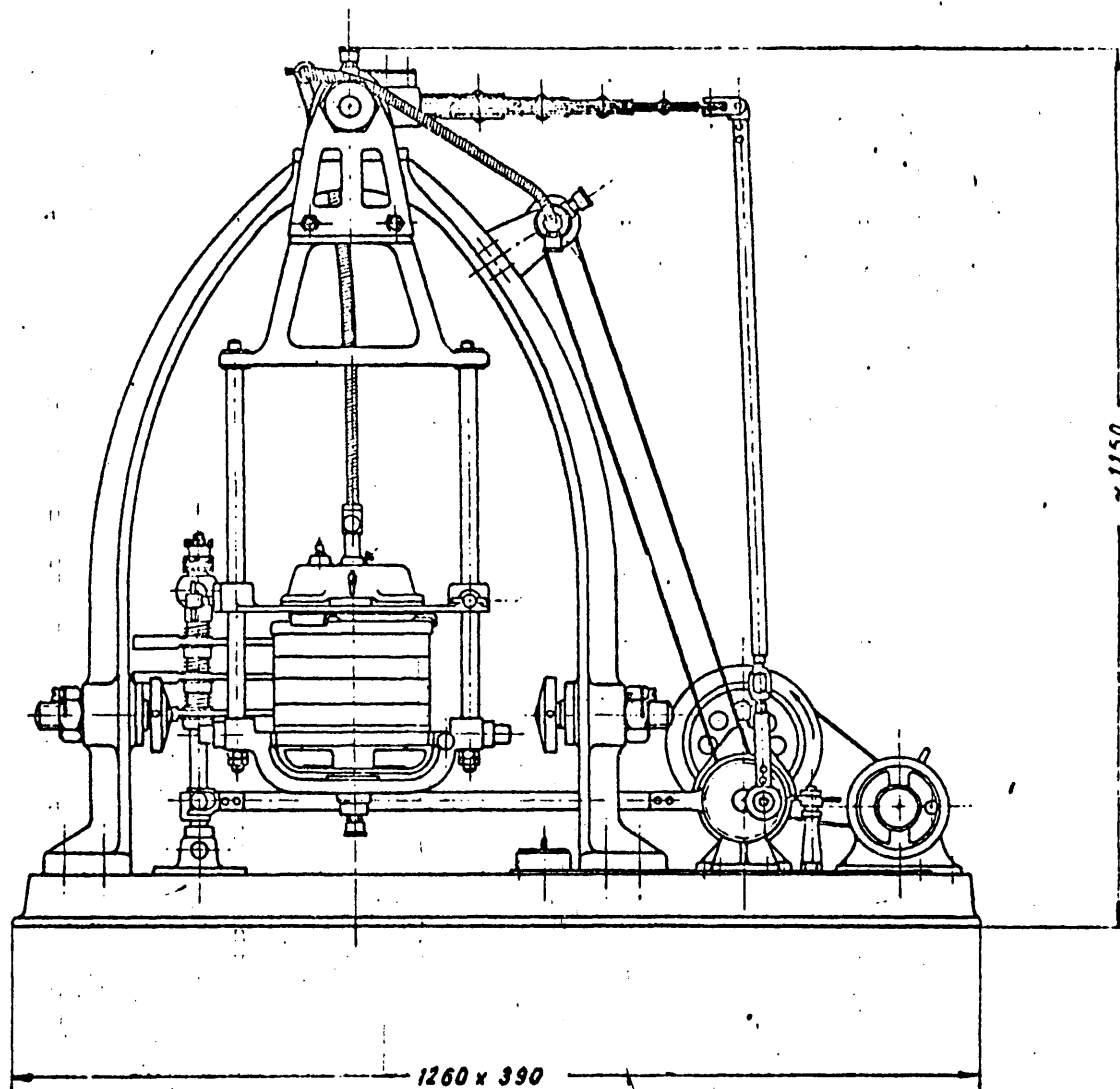


FIGURA NUM. 7.- Diseño Tonniindustrie de la máquina automática empleada en los ensayos de tamizado.

## Resultados.-

En la tabla núm. 2 de la página 75 se ordenan los resultados obtenidos. Se puede observar que para el grano núm. 24, la fracción, en peso, más importante es la retenida en el tamiz 8 DIN, la cual indica un diámetro medio probable de 750  $\mu$ . En el caso del grano núm. 60, las fracciones más importantes han sido retenidas en las telas núm.s 24 y 30 DIN, lo cual nos indica unos diámetros medios probables de 250 y 200  $\mu$ .

En la página 76 se han interpretado los resultados expuestos en la tabla núm. 2 por medio de una representación gráfica, en el papel logarítmico, tomando como ordenadas las fracciones en peso de la muestra total de 1.000 gr. y en abscisas el diámetro medio correspondiente

### Determinación del tamaño de grano medio.

A continuación se exponen los resultados obtenidos al tamizar una muestra de 1.000 gr. de corindón 38A, grano núm. 60, durante 18 minutos, calculando a partir de los resultados obtenidos, la disminución del tamaño de grano medio.

Número	Luz de mallas en	Núm. mallas/cm <sup>2</sup> .	DIN núm.	ASTM núm.	TYLER núm.	Grano 24 1.000 gr.	Grano 60 1.000 gr.
16	6.000	16	4				
15	1.500	25	5				
14	1.200	36	6				
13	1.000	64	8	20125	20125	900	
12	750	100	10	25130	25130	96	
11	600	144	12	35	32	2,50	
10	500	256	16	40/45	40/45	1,40	
9	400	400	20	50	48	0,10	21,400
8	300	576	24	60	60		702,200
7	250	900	30	70	65		239,000
6	200	1.600	40	100	100		28,700
5	150	2.500	50	120	115		7,300

TABLA NUM. 2 .- Análisis de tamizado efectuado sobre 1.000 gr. de los granos núms. 24 y 60 de corindón 38 A.

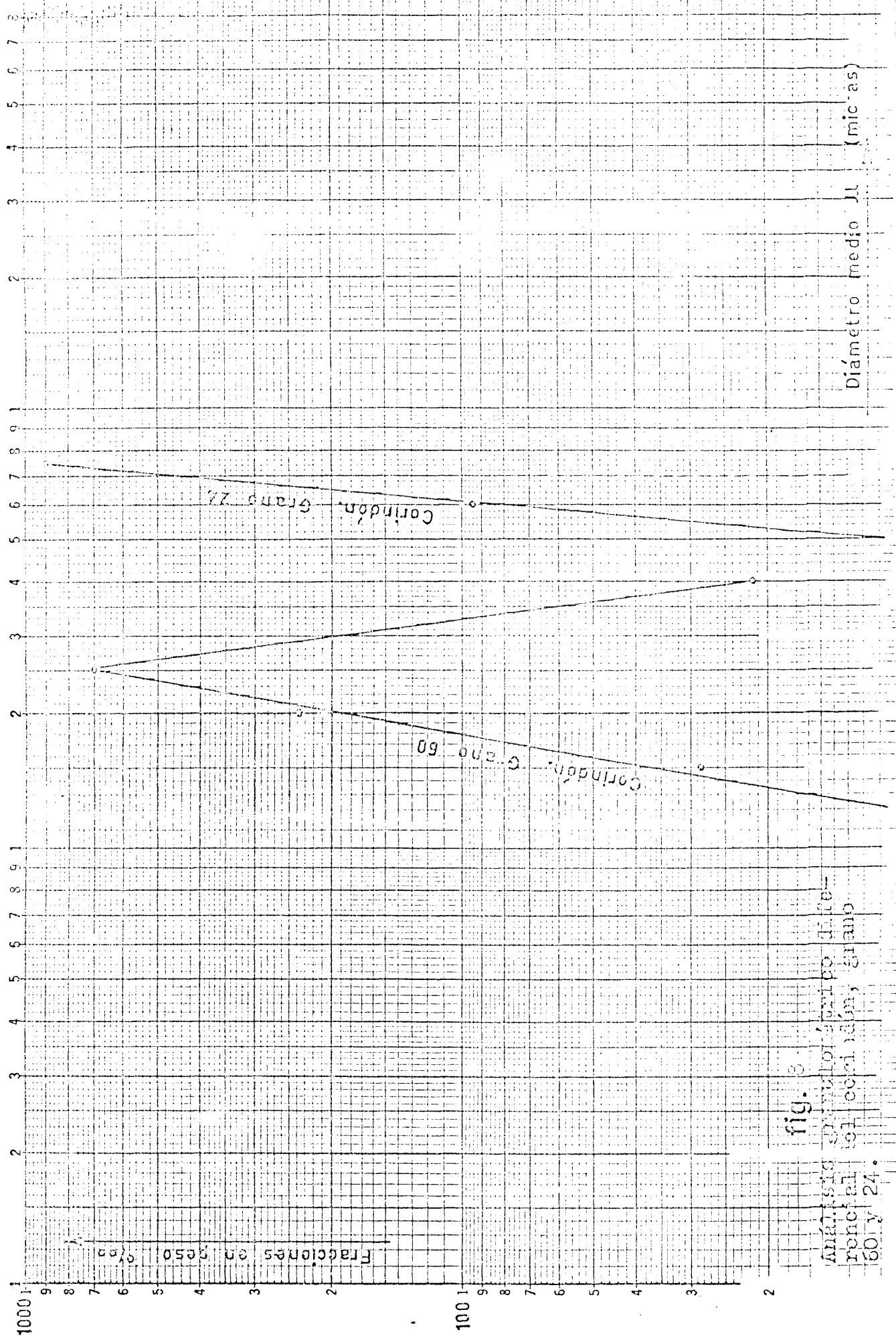


fig. 3

Análisis gravimétrico del tipo de  
 mineral del corindón, grano  
 60 y 24.

Peso de la muestra: 1.000 gr.

Número de golpes: 2.000 (18 minutos)

Núm. de tamiz		Luz de malla en $\mu$		Media aritmética, $x_i$ de las luces de malla.	Peso en gr. retenido sobre la tela más densa, $n_i$ .	Valor del producto $x_i n_i \cdot 10^{-2}$
Pa-sa	Retenido	Pa-sa	Retenido			
16	20	400	300	350	21,50	75,40
20	24	300	250	275	705,05	1.940,00
24	30	250	200	225	237,71	535,00
30	40	200	150	175	35,50	62,40
$x_i n_i \cdot 10^{-2}$						= 2.612,80

Cálculo de la media aritmética.

$$\bar{x} = \frac{\sum x n}{N} = 261 \mu \cdot \frac{1}{60}$$

$x_i$  = media aritmética de las luces de malla.

$n_i$  = peso en gr. retenido sobre la tela más densa.

$N$  = % pesos retenidos sobre las telas = 1.000 gr.

Estudio de la carga mínima para efectuar el tamizado del corindón.

La Norma consultada ha sido la ASA MS-1932, en la cual se encuentra la siguiente tabla:

Tamaño límite de la partícula en mm.	Carga mínima estandard, gr.
4 - 2	1.000
2 - 1	500
1 - 0,5	250
0,5 - 0,25	100
0,25 - 0	50

Se han efectuado dos ensayos de tamizado en los que, manteniendo el número de golpes, es decir, constante el tiempo, 18 minutos, se han tamizado dos muestras de 1.000 y 50 gr. respectivamente. Los resultados se indican en la siguiente tabla núm. 3 de la página 79.

La inspección de esta tabla permite ver como entre las telas 60 y 70 ASTM se agrupa un porcentaje del 94,276 % de la totalidad de la carga, es decir, la fracción fundamental del grano abrasivo de corindón núm. 60 se corresponde con un diámetro de la partícula de 250-200  $\mu$ .

Tela ASTM núm.	Luz de malla en $\mu$	Peso de la muestra en gr.	
		50	1.000
35	500	-	-
40	400	-	-
50	300	-	2,150
60	250	52,488	70,505
70	200	39,476	23,771
100	150	0,085	0,282
125	120	7,228	0,073
140	100		
170	90		

TABLA NUM. 3 .- % retenido variando la carga del tamiz.

Sin embargo, aunque la NORMA recomiende cargas de 50 gr., parece más recomendable y así se hará, el uso de cargas de 1.000 gr., puesto que éstas serán más representativas de la muestra total y las diferencias encontradas entre los análisis efectuados con las cargas de 50 y 1.000 gr. no permiten tomar la primera como representativa de la segunda.

Estudio del tiempo máximo de tamizado.

La Norma ASA MS-1932 sobre tamizado recomienda que se deberá considerar alcanzado el punto final cuando, en el período de un minuto, la carga que pasa a través de un tamiz es menor del 0,05 % del peso de la carga original.

Se han efectuado tres ensayos variando el tiempo de tamizado entre 14,50, 18 y 23 minutos y manteniendo constante una carga de 50 gr.

Los resultados son los siguientes:

Tela ASTM núm.	Luz de malla en $\mu$ .	Tiempo, en minutos		
		14,50	18	23
35	500	-	-	-
40	400	-	-	-
50	300	-	-	-
60	250	54,382	52,488	50,030
70	200	38,135	39,476	42,200
100	150	2,914	0,085	1,010
125	120	4,090	7,228	7,960
140	100	-	-	-
170	100	-	-	0,445

% del peso inicial de 50 gr. retenido en cada tela.

Número de golpes.	Tiempo empleado, min.	Valor medio $\bar{x}$	S	$\bar{x} \pm 2S$	Log S	Log T
1.500	14,50	246	35,50	246	1,550	1,162
2.000	18,00	244	38,80	244	1,590	1,256
2.500	23,50	244	40,90	244	1,612	1,370

TABLA NUM. 4 .- Variación de la desviación estandar con el tiempo de tamizado. Muestra de 50 gr.

A la vista de estos resultados se puede observar como al aumentar el tiempo de tamizado en 3,5 minutos la carga que pasa a través de la tela núm. 60 ASTM es tan solo el 0,025 % de la carga total, y, así mismo, al insistir durante 5 minutos más, la fracción que atraviesa la mencionada tela es solo el 0,054 %; es decir, en ambos casos muy por debajo del límite de 0,050 % cada minuto.

Por consiguiente, el aumentar el tiempo de tamizado por encima de los 15 minutos no solo es inútil desde el punto de vista de exactitud, sino que puede resultar perjudicial, por efecto de la autoabrasión de los granos de corindón y consiguiente desgaste de la tela del tamiz. En efecto, el último ensayo, a los 23,50 min. se puede observar como aparecen finos en la tela núm. 170. Estos finos presentan una fuerte coloración. El análisis químico de estos finos comprobó la existencia en ellos de polvos de bronce, produ-

cidos por la abrasión de la tela del tamiz.

Sin embargo, como la carga que se ha de tomar se ha fijado en 1.000 gr., ha sido motivo de preocupación el posible efecto abrasivo de la carga sobre el tamiz en este tiempo mínimo de tamizado, por lo cual se ha repetido el ensayo, tomando una carga de 500 gr., convenientemente muestreada de 50 kg. de corindón 38A, grano núm. 60. Durante la experiencia se han variado los tiempos de tamizado en 9, 15, 25, 41 y 60 minutos, lo cual representa 1.000, 1.744, 2.758 5.000 y 7.500 golpes respectivamente.

Los resultados obtenidos se expresan en la tabla núm. 5, en donde se vé como se comprueban mediante un mecanismo estadístico, los hechos apuntados en las páginas anteriores. En efecto, de nuevo se revela que no tiene interés alguno y es incluso contraproducente el aumentar el tiempo de la operación de tamizado sobre los 15 minutos.

La tabla núm. 5 se refleja mejor en la gráfica de la página 84, en la cual se observa como la curva formada por el tiempo en minutos de tamizado y la desviación estandar, de los resultados obtenidos frente a una zona francamente asintótica con esta última.

Los resultados de la tabla vienen representados por la curva de la figura núm. 9 y, mejor por la recta  $\log S = 0,2 \log t + 1,33$ , representada en la figura núm. 10 de la página 85.

Muestra de 500 gr. de corindón 38A, grano núm. 60.

Tiempo de tamizado en min.	Número de golpes.	Diámetro medio más probable.	Desviación estandar S	$\pm 2S$
1	2	3	4	
9	1.000	266	39	78
15	1.744	264	42	84
25	2.758	256	42	84
41	5.000	250	45	90
60	7.500	248	45	90

TABLA NUM. 5 .- Variación de la desviación estandar con el tiempo de tamizado. Muestra de 500 gramos.

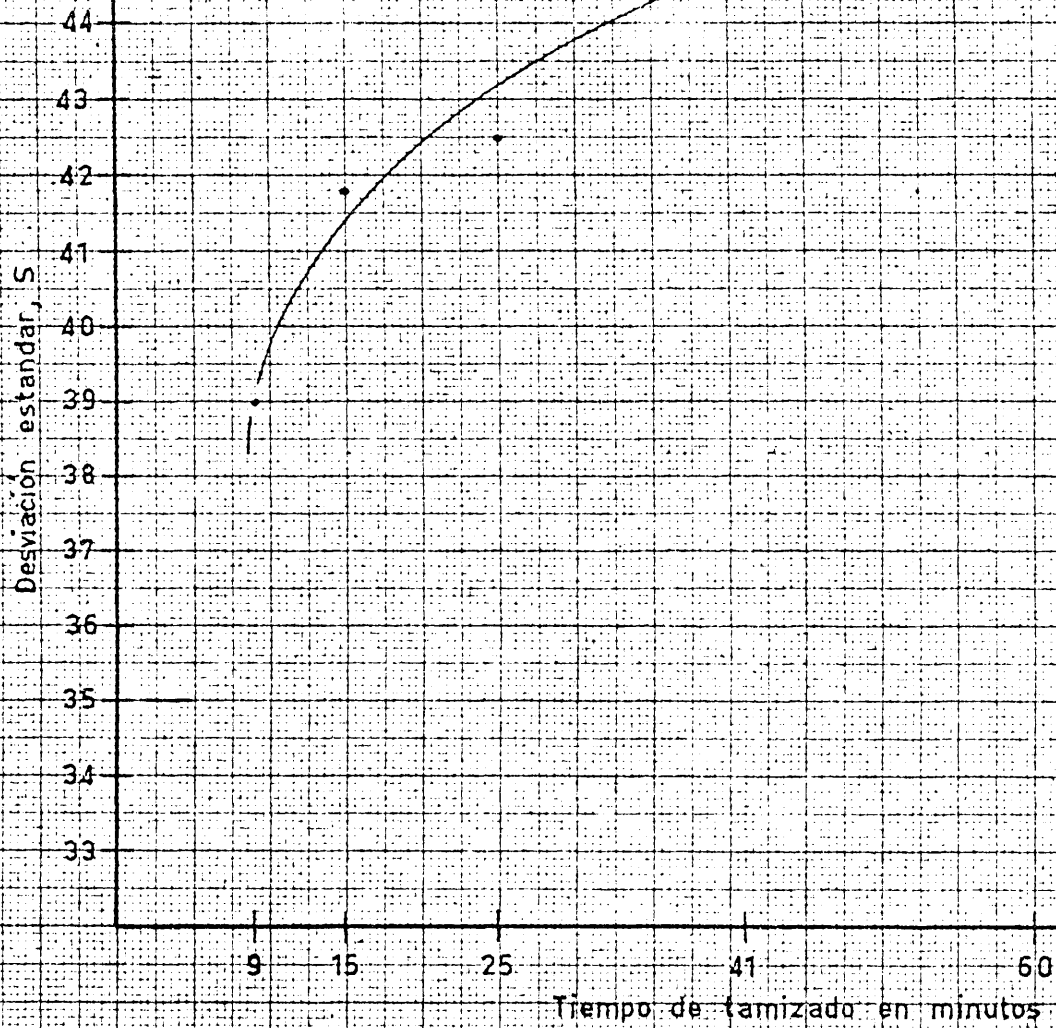


fig. 9

Variación de la desviación estándar de los resultados de tamizado con el tiempo de operación.

Muestra de 500 gr. de corindón 38A, grano núm. 60.

Tiempo de tamizado en min.	Número de gol-pes.	Diámetro medio más probable.	Desviación estandar S	$\pm 2S$
1	2	3	4	
9	1.000	266	39	78
15	1.744	264	42	84
25	2.758	256	42	84
41	5.000	250	45	90
60	7.500	248	45	90

TABLA NUM. 5 .- Variación de la desviación estandar con el tiempo de tamizado. Muestra de 500 gramos.

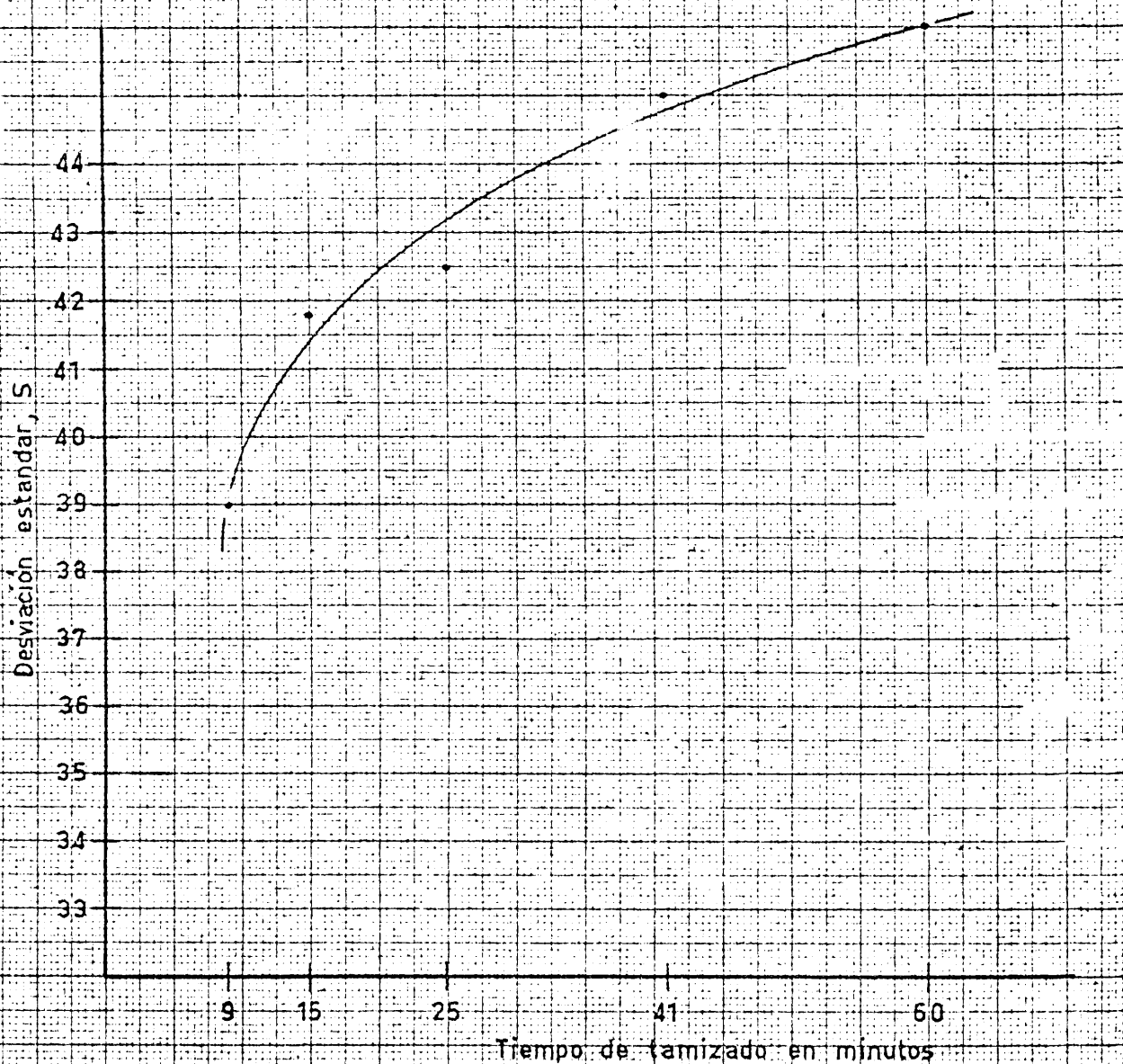


fig. 9

Variación de la desviación estándar de los resultados de tamizado con el tiempo de operación.

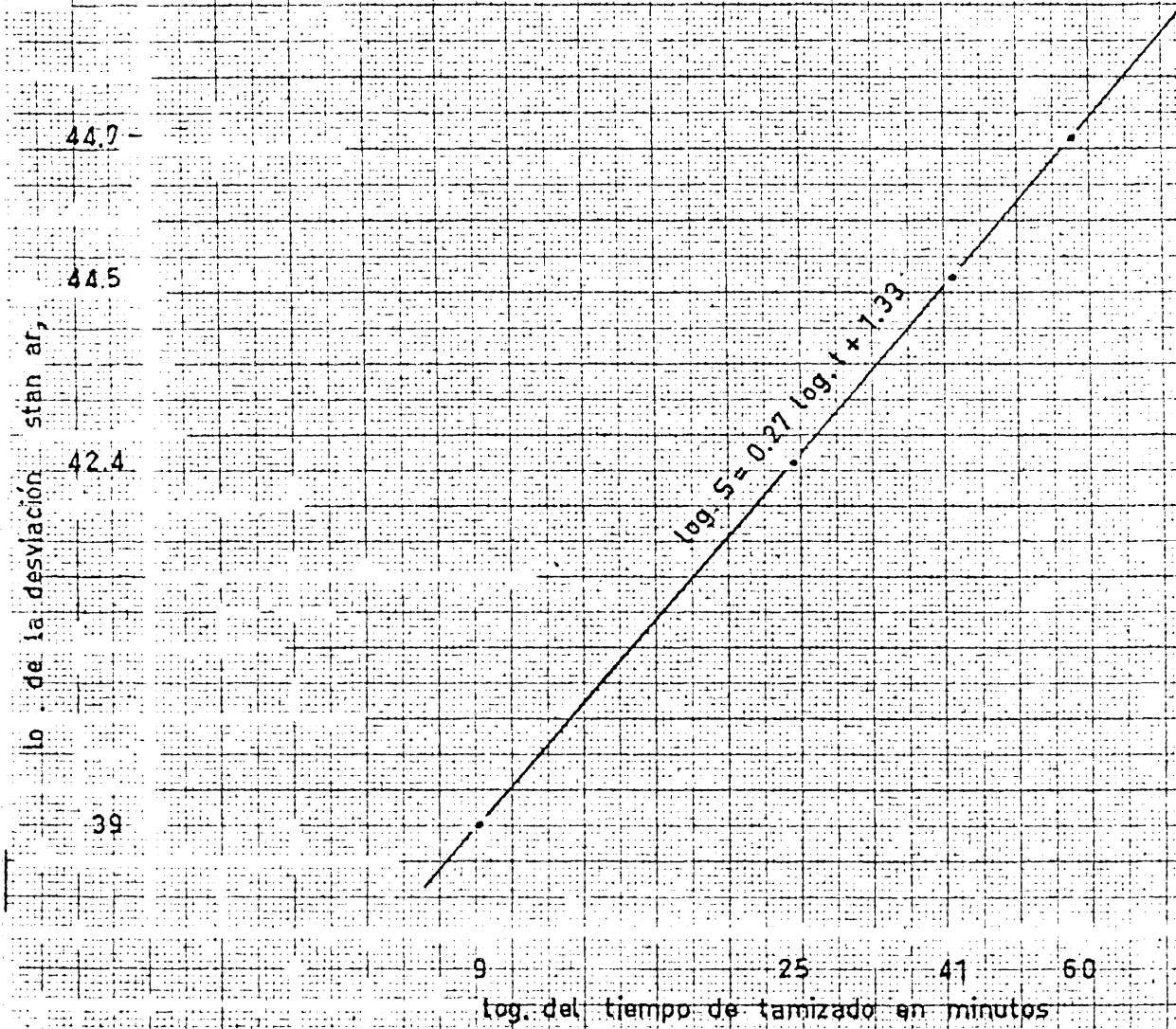


fig. 10

Representación log log de la desviación estándar de los resultados de tamizado con el tiempo de operación.

## Conclusiones parciales a los ensayos de tamizado.

1). El análisis granulométrico diferencial efectuado sobre las muestras de corindón granos núms. 24 y 60 han de terminado unos diámetros medios probables de 750 y 261 micras, valores muy aceptables en relación con las NORMAS de la Federación Europea de abrasivos.

En el caso del corindón grano núm. 60, la desviación estandar, con una probabilidad del 95,45 %, es de  $\pm 60$  micras, lo cual afirma aún más la calidad, desde el punto de vista abrasivista, del corindón nacional utilizado.

2). Con respecto a la carga óptima a utilizar en este tipo de ensayos, empleando la superficie de tamizado impuesta por la máquina utilizada, observamos como es insuficiente la recomendación de la NORMA ASA MS-1932 y conviene aumentar de 50 a 1.000 gr.

3). No tiene interés y es incluso contraproducente el aumentar el tiempo de operación de tamizado sobre los 15 minutos.

II.b - Angulo de contacto.

Técnica de estudio:

Capacidad de mojado del corindón  
por el vidrio aglomerante.

## Plan de trabajo seguido para el estudio del ángulo de contacto.

Se empleó un tipo de vidrio de uso normal en esta industria, con y sin aditivos especiales. En ambos casos se aplicó para su estudio el microscopio de calefacción, con el cual se pueden obtener fotografías en cualquier instante y temperatura determinados, durante los momentos más significativos del proceso de sinterización. Los ángulos de contacto se midieron directamente sobre ampliaciones de tamaño DIN A4, obtenidas de estas fotografías.

### Elección de las materias primas.

En la bibliografía consultada se han encontrado referencias de ensayos efectuados sobre vidrios de tipo sílico-sólido-cálcico y sílico-alumínico-cálcico, por lo que en esta investigación se ha preferido, según se ha dicho, trabajar con fritas de vidrio borosilicato.

Como aditivos para mejorar la capacidad de mojado, se emplearon el óxido de litio,  $\text{Li}_2\text{O}$ , y el de molibdeno,  $\text{Mo}_2\text{O}_3$ . El primero por considerarlo un posible agente indirecto por sus propiedades para la reducción de la temperatura de sinterización, y el segundo como aditivo ya clásico en estas investigaciones.

### Oxido de litio, $\text{Li}_2\text{O}$ .

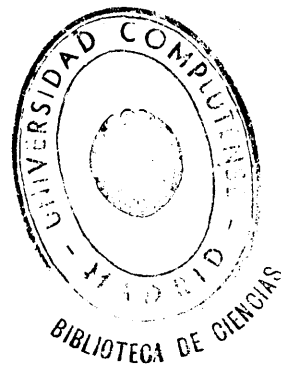
Este aditivo aumenta la capacidad de mojado por disminuir el punto de reblandecimiento. Se investigó el efecto de la adición del 1 y 3 %, empleándose una velocidad

de calefacción de 100°C/15 minutos y como temperatura final 1.140°C, manteniéndose esta temperatura final durante 60 minutos, determinándose el ángulo de contacto cada cinco minutos. Se repitió el ensayo alcanzando una temperatura final de 1.210°C.

Trióxido de molibdeno,  $\text{Mo}_2\text{O}_3$ .

Se estudió la adición de 1 y 3 %. Estos dos ensayos se realizaron en condiciones idénticas a las que se fijan en el ensayo anterior. En los dos casos se alcanzaron los 1.210 °C.

La base de corindón elegida han sido unas bandejas de  $\alpha$ -alúmina sinterizada, con una porosidad casi nula. Sobre estas bandejas de  $\alpha$ -alúmina se forma la gota de vidrio borosilicato.



## Aparato empleado en los ensayos del ángulo de contacto.

### Microscopio de calefacción.

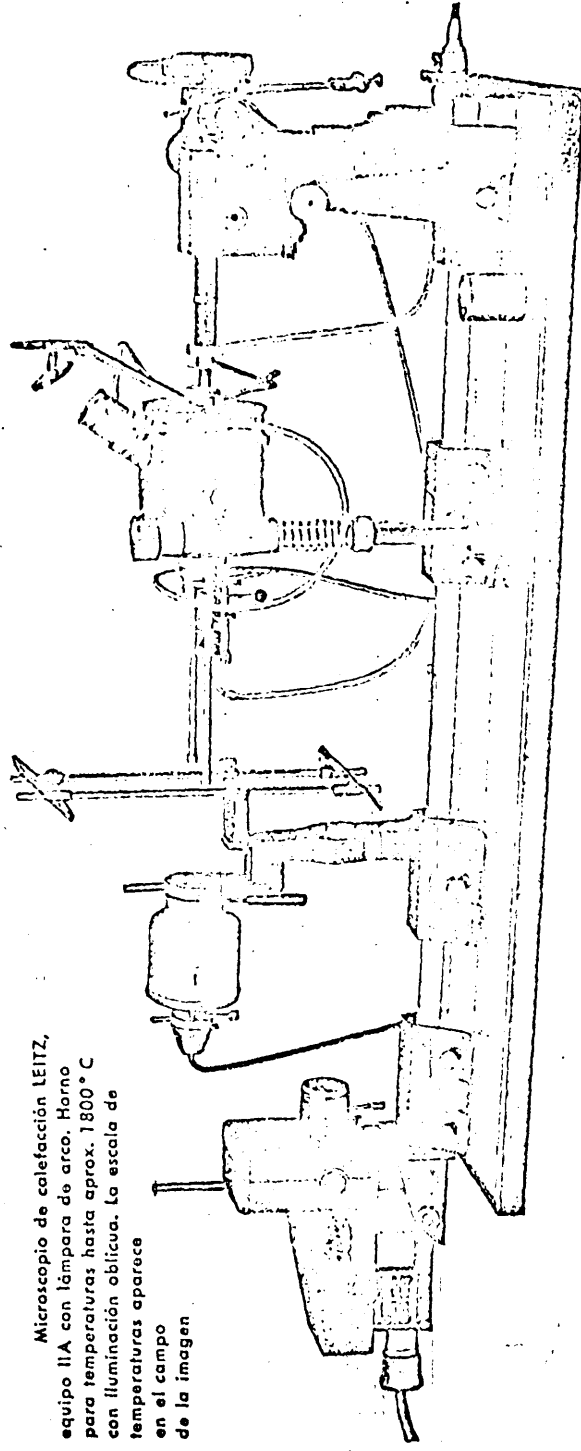
Con el microscopio de calefacción se puede seguir en forma continua las sucesivas transformaciones que experimenta una probeta de vidrio durante su calentamiento. Se ha empleado un aparato Leitz Wetzler, del cual se adjunta una fotografía.

Este aparato permite, mediante un dispositivo óptico observar y fotografiar continuamente y en el mismo campo, la silueta de la muestra de la probeta y la escala de temperaturas, sobre la cual se pueden observar la temperatura del laboratorio del horno hasta los 1.600 °C con par de Pt-PtRh 10 %, y hasta los 1.800 °C con par de PtRh 10 - PtRh 18 %.

El microscopio de calefacción consta de tres partes principales: 1) Manantial luminoso; 2) Horno eléctrico; 3) Microscopio para observación y macrografías.

#### 1) Manantial luminoso.

Consiste en una lámpara incandescente de baja tensión 30 vatios á 6 voltios. El sistema óptico se complementa con dos espejos.



Microscopio de calefacción LEITZ,  
equipo IIA con lámpara de arco. Horno  
para temperaturas hasta aprox. 1800 °C  
con iluminación oblicua. La escala de  
temperaturas aparece  
en el campo  
de la imagen.

2) Horno eléctrico de 1.800 °C.

El laboratorio del horno tiene un diámetro interior de 19 mm. La resistencia está constituida por un arrollamiento de cinta ondulada de rodio. La alimentación y regulación del horno se consigue mediante un autotransformador regulable cuyo secundario puede dar hasta 45 voltios, 30 amperios. El termopar empleado para las temperaturas alcanzadas en este estudio (1.210 °C máximo), es de Pt - PtRh 10 %.

## Preparación de las muestras.

Se dosificó corrientemente el vidrio con los aditivos (óxido de litio, óxido de molibdeno), empleándose una balanza de precisión Metzler. Los productos, finamente pulverizados, se mezclaron en una mezcladora de tipo "Turbula". A continuación, se efectuó un proceso de filtrado á 1.400 °C, vertiéndose el vidrio fundido en agua fría y recogiendo los trozos de vidrio roto. La frita se pulverizó en un mortero de ágata mecánico. Se comprobaron las dosificaciones por medio de análisis cuantitativos.

Con la frita ya pulverizada se confeccionaron, por moldeo en un pequeño troquel de mano, probetas cilíndricas que fueron colocadas sobre bandejas o plaquitas de alúmina sinterizada obtenidas por prensado.

Estas bandejas presentaban una porosidad casi cero y superficies lisas de una excelente calidad superficial.

El conjunto de probeta y bandejita se colocó, en todas las experiencias, sobre una superficie soporte especialmente preparada en la vaina de un termopar, la cual se introdujo en el centro del laboratorio del horno del microscopio de calefacción. Durante todo el proceso de sinterización se tomaron fotografías en los puntos más significativos, con las que se ilustra el presente estudio.

### Puesta a punto del microscopio de calefacción.

La primera etapa de este estudio fué la puesta a punto del microscopio de calefacción, fijando una velocidad razonable de calefacción, la cual se ilustra en la figura de la página 95.

### Medida del ángulo de contacto.

El ángulo de contacto puede ser obtenido por cálculo partiendo del conocimiento de la flecha y la cuerda del arco de la gota. Sin embargo, en este caso se ha efectuado siempre su medida mediante una construcción geométrica sobre la ampliación a tamaño DIN A4, de las fotografías obtenidas. Se estimó un error máximo de  $\pm 4 \%$ .

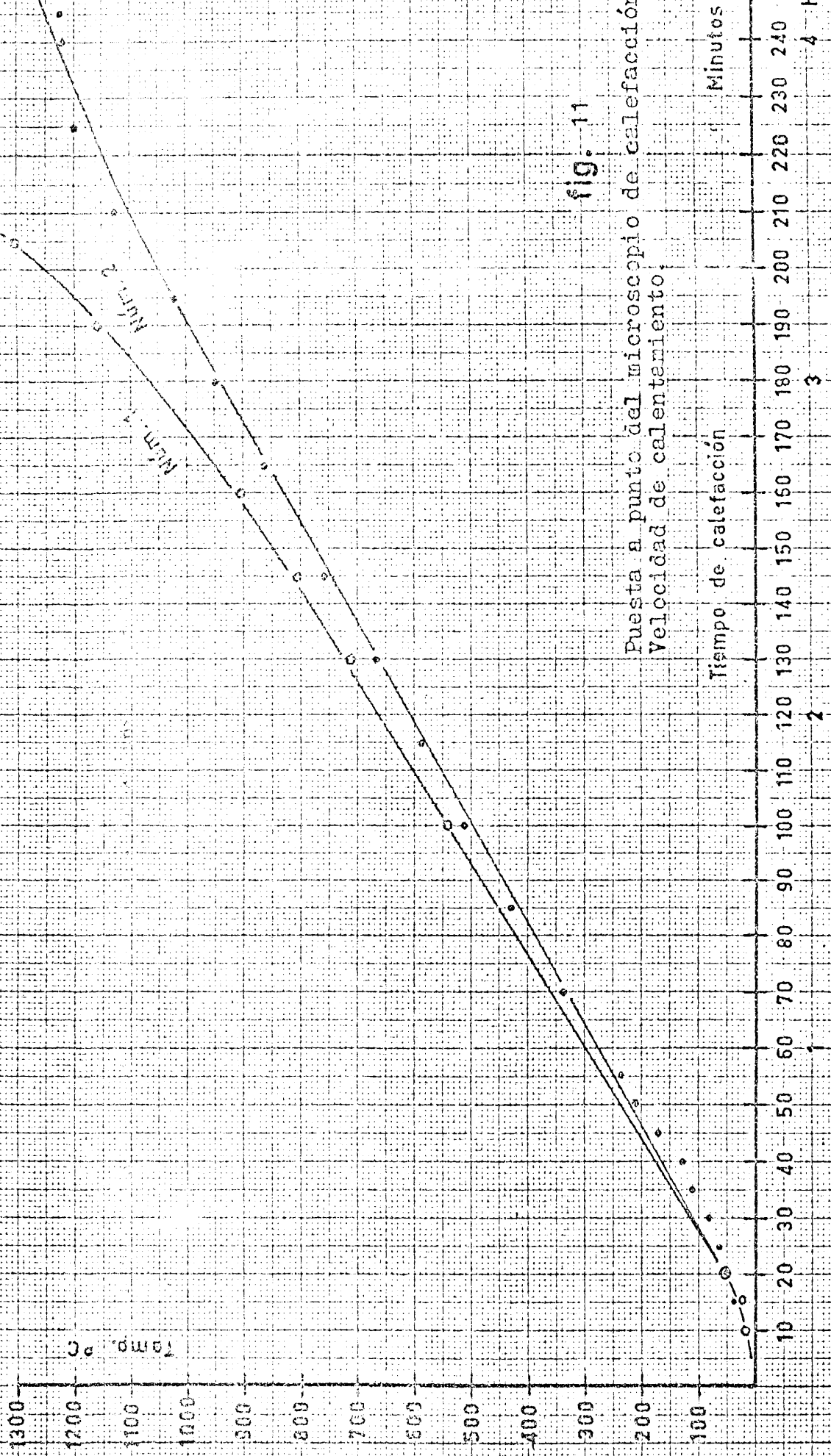


fig. 11

Puesta a punto del microscopio de calefacción  
Velocidad de calentamiento

Tiempo de calefacción

Minutos

Puntos correspondientes a la curva de calefacción núm. 1.

Puntos correspondientes a la curva de calefacción núm. 2.

Resultados parciales de este estudio.

A continuación se presentan los resultados experimentales obtenidos dividiendo éstos en dos grupos : Figuras y Gráficas y Fotografías.

a) Figuras y Gráficas.

En las páginas 97 y 98, se expresa gráficamente la variación del ángulo de contacto con la temperatura y el tiempo respectivamente, haciéndose una representación log log de esta última curva en el gráfico de la página 99. El efecto de los aditivos se recoge en las curvas de la página 100.

b) Fotografías.

Se ordenan en las páginas 101 á 111 una colección de fotografías tomadas directamente en el microscopio de calefacción durante los procesos estudiados. Cada página recoge una experiencia, detallándose las condiciones de ésta al pié de la página.

Como ejemplo ilustrativo de como se ha efectuado el cálculo de los ángulos de contacto se recoge en la página 112 una ampliación sobre la que se ha calculado el ángulo de contacto, con las correspondientes construcciones geométricas, para el caso de la adición del 1 % de litio,  $\text{Li}_2\text{O}$ .

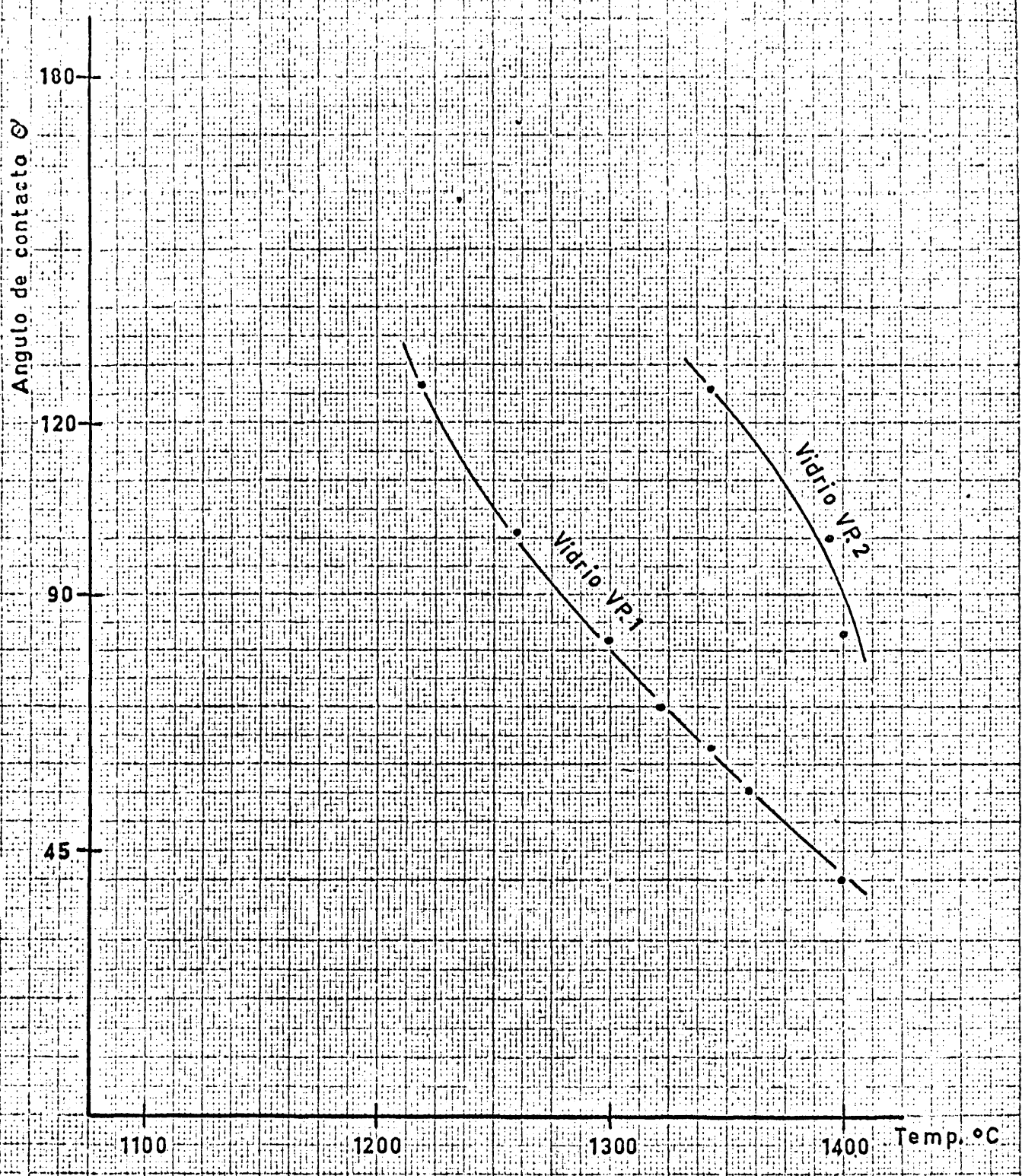
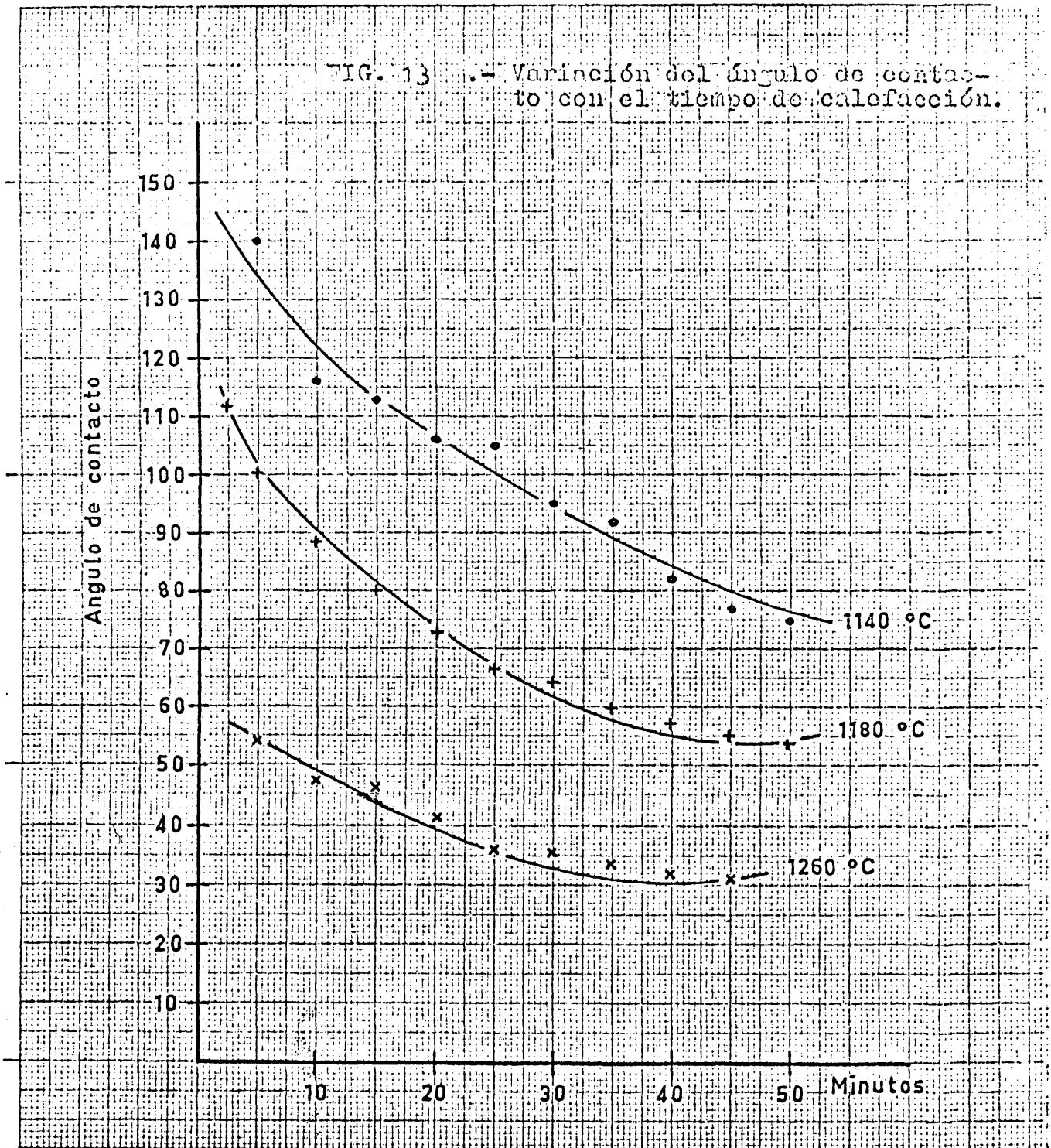


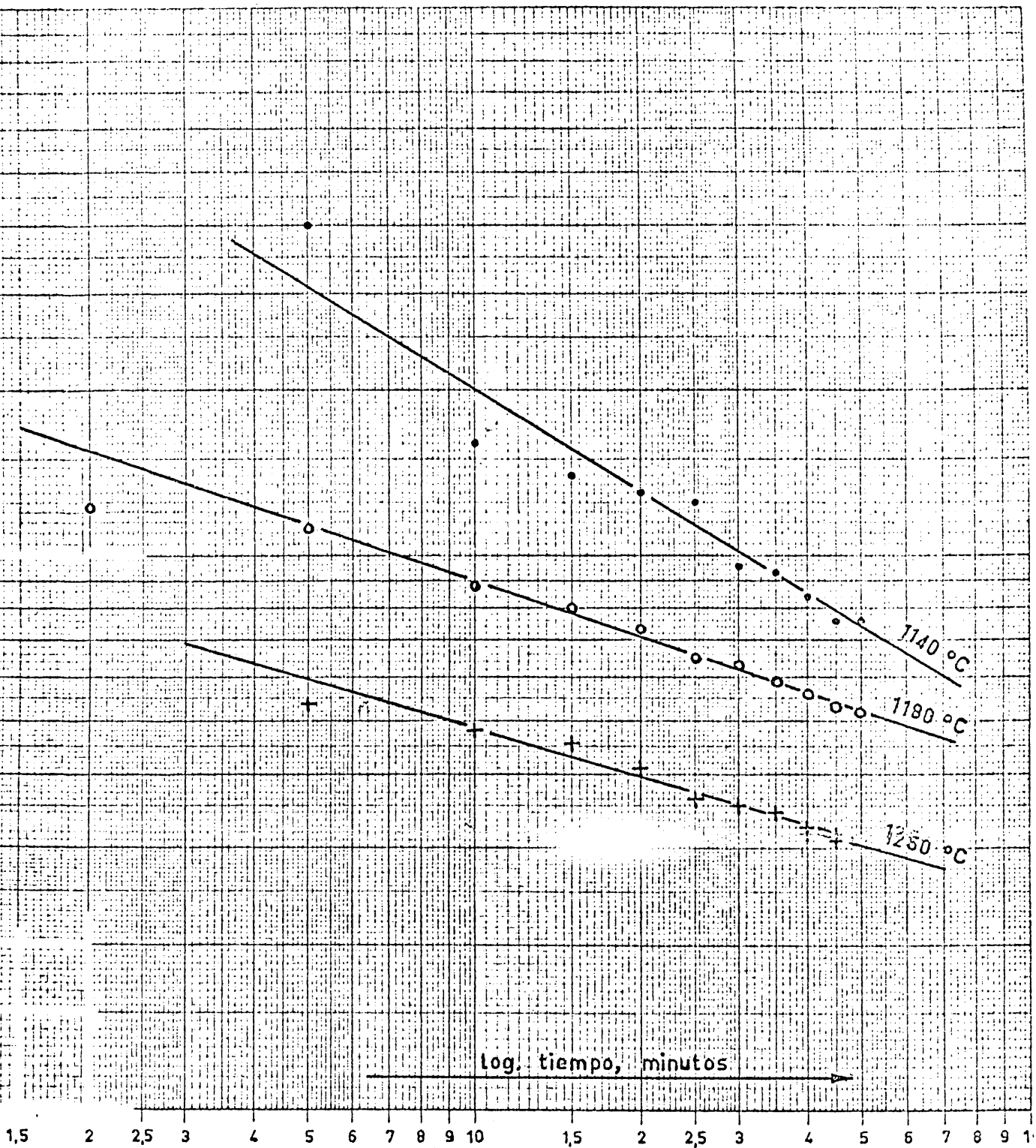
fig. 12

Variación del ángulo de contacto con la temperatura.

FIG. 13 .- Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción.

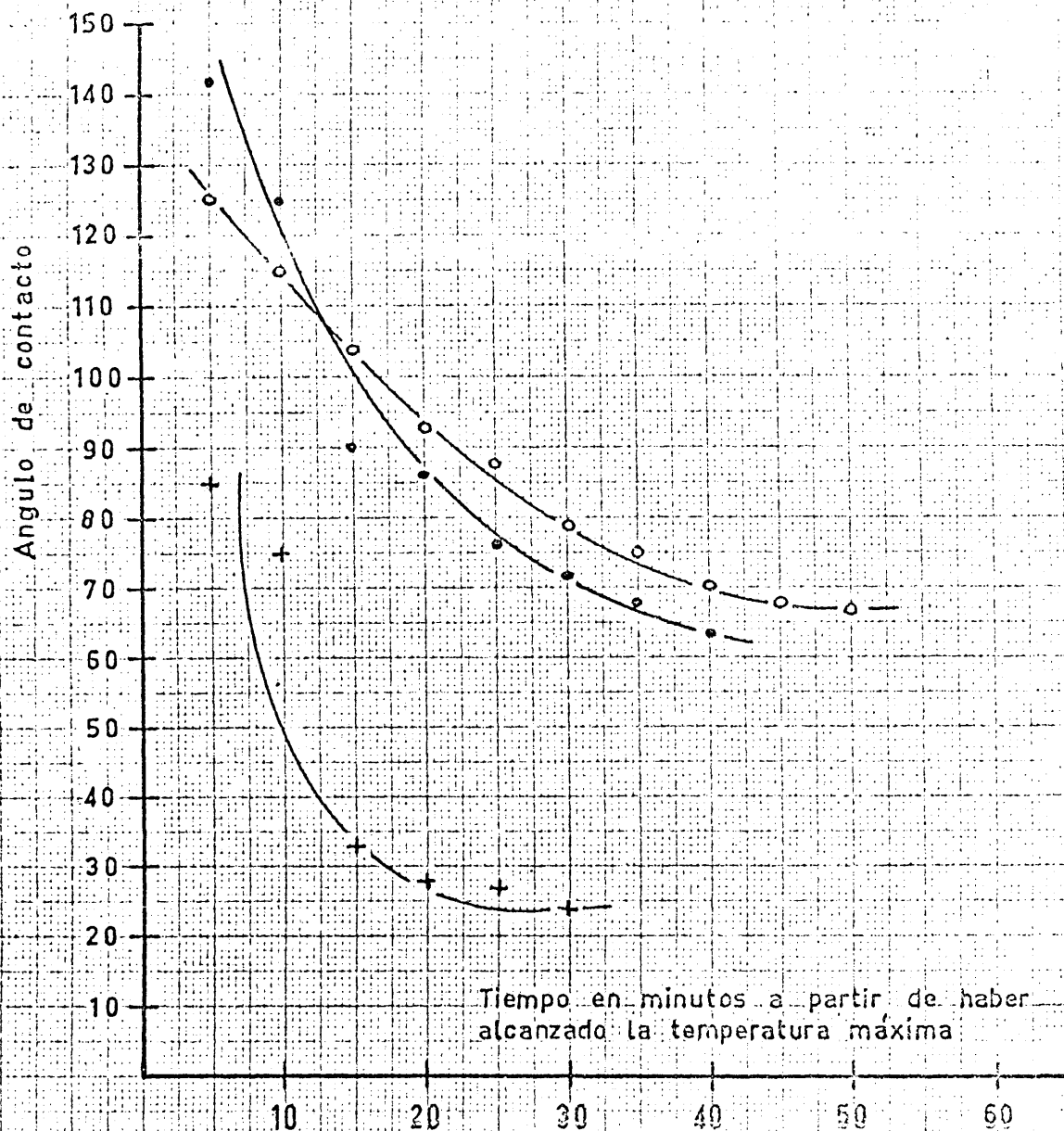


Variación del ángulo de contacto,  $\theta'$ , con el tiempo de calefacción,  $t$ , en minutos.



- Temp.máxima 1.140 °C
- Temp.máxima 1.180 °C
- + Temp.máxima 1.260 °C

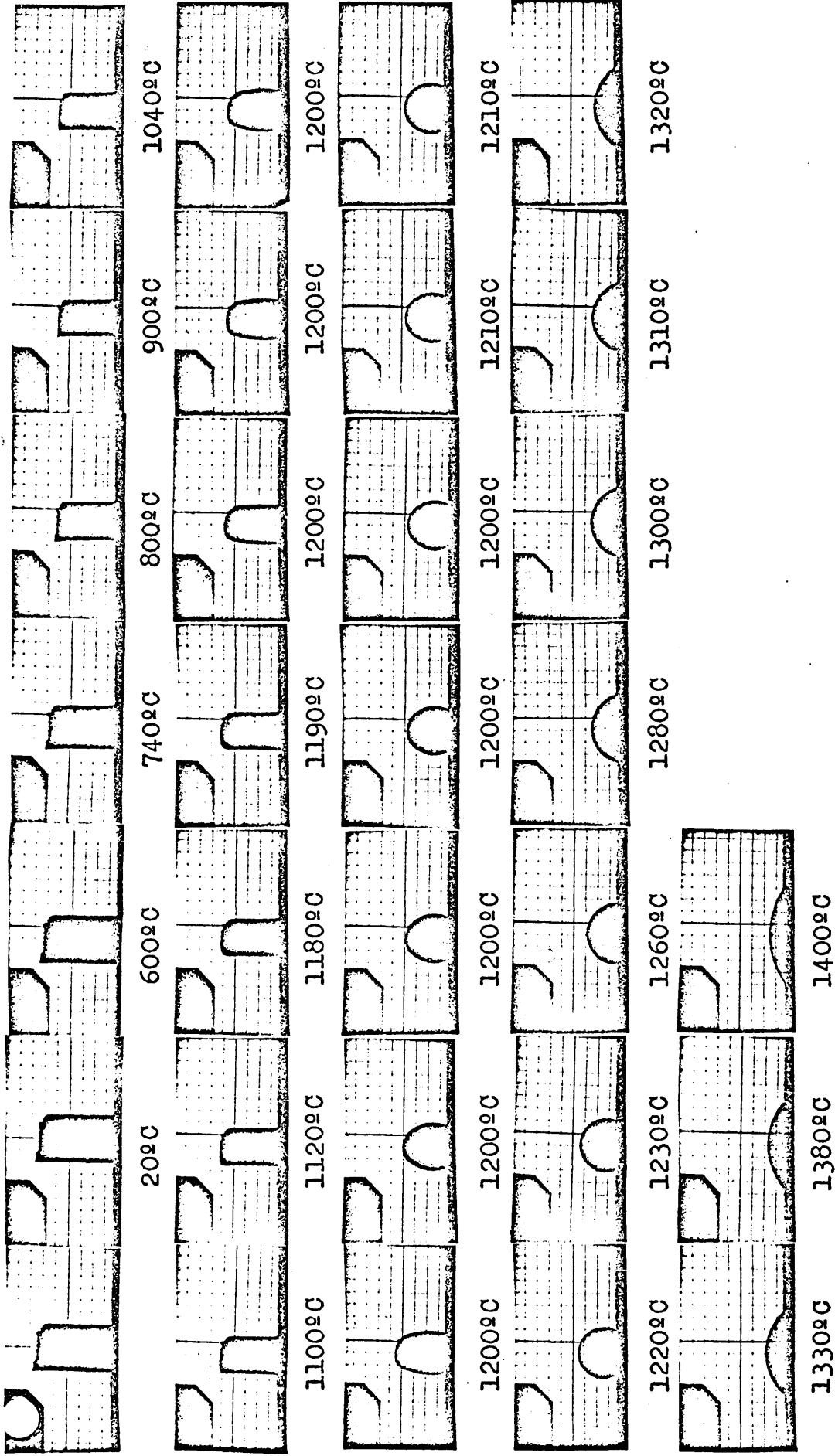
fig. 14



- Adición 3% Mo<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Temp. máx. 1.210 °C
- Adición 1% Mo<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Temp. máx. 1.210 °C
- + Adición 1% Li<sub>2</sub>O. Temp. máx. 1.260 °C

fig. 15

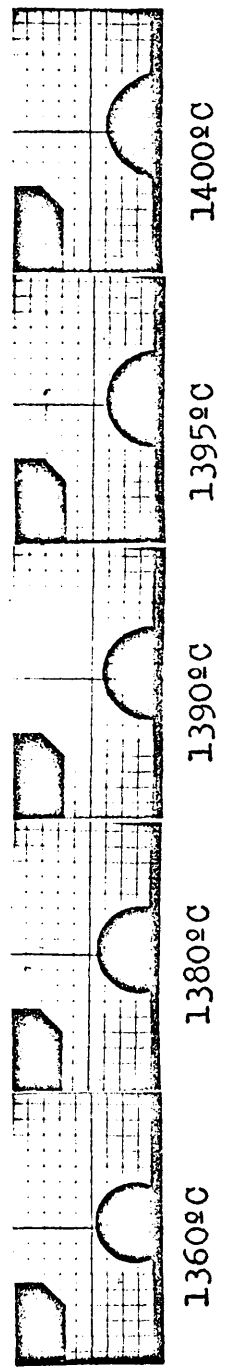
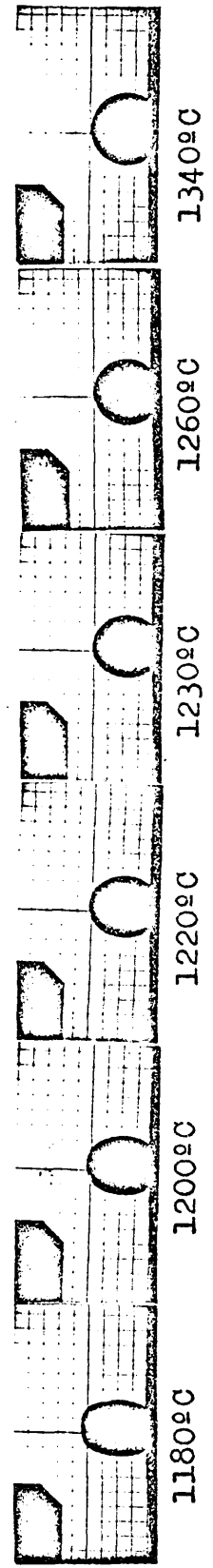
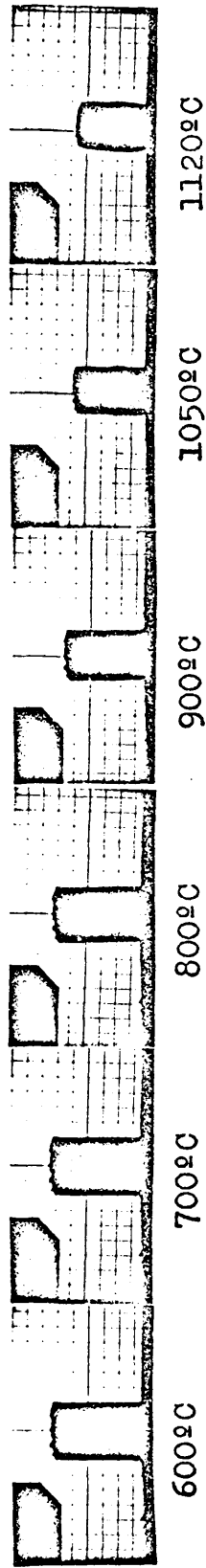
Efecto de los aditivos.  
a un vidrio de borosilicato.



Serie núm. 1.

FOTOGRAFIA NUM. 2

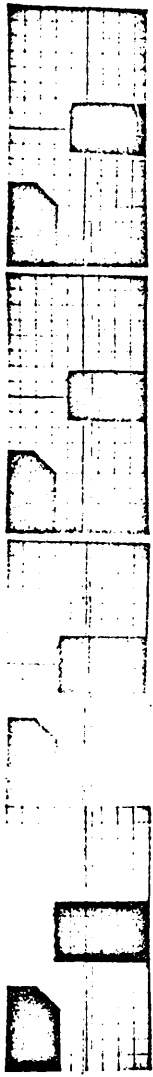
Puesta a punto del Microscopio de Calefacción. - Vidrio borosilicato 100%  
 Curva de calefacción. Núm. 1. Variación del Angulo de contacto con la temperatura.



Serie núm. 2 .

Puesta a punto del Microscopio de Calefacción. - Vidrio borosilicato + 15% Caolin --  
 Curva de calefacción. Núm. 1. Variación del Angulo de contacto con la temperatura.

FOTOGRAFIA NÚM. 3

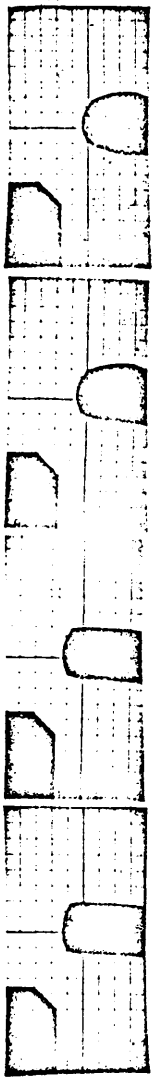


20º

710º

1010º

1050º

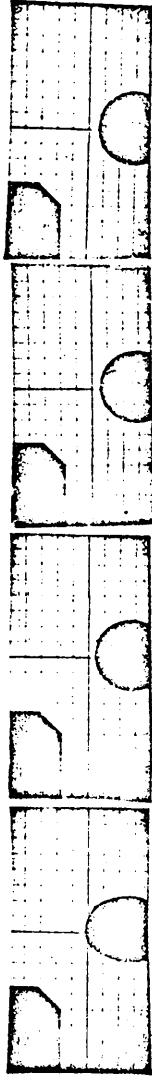


1110º

1130º

1137º

1140º

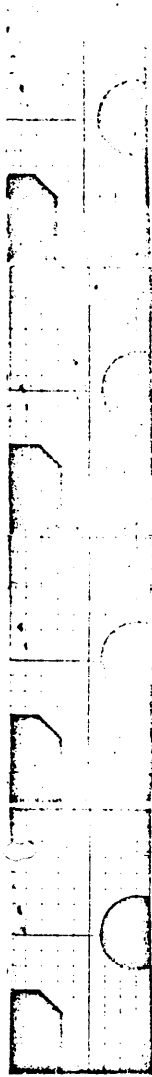


1140º

1140º

1140º

1140º



1140º

1140º

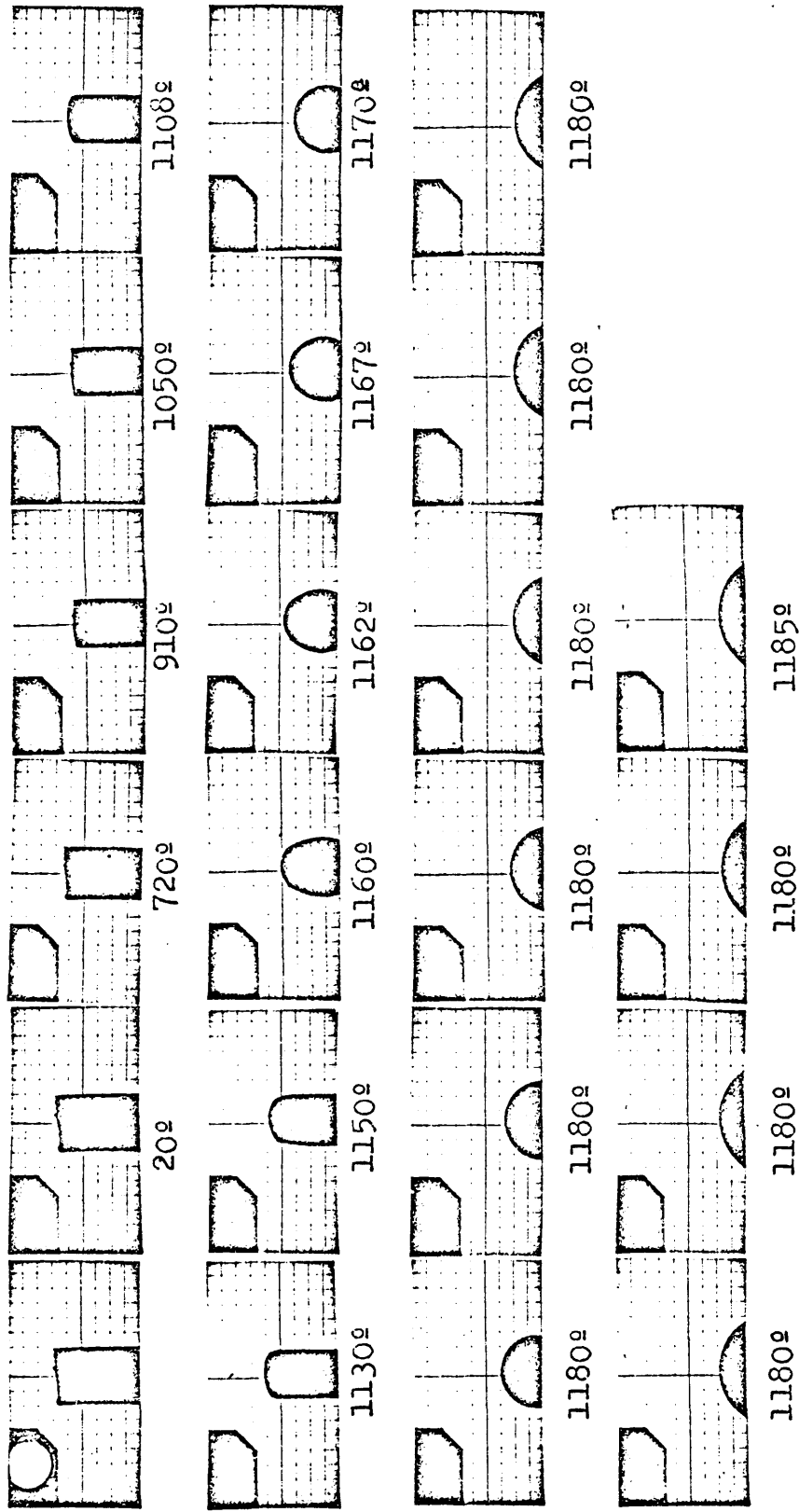
1140º

1140º

Serie núm. 3.

Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción: vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1140º. Curva de calefacción núm. 2.

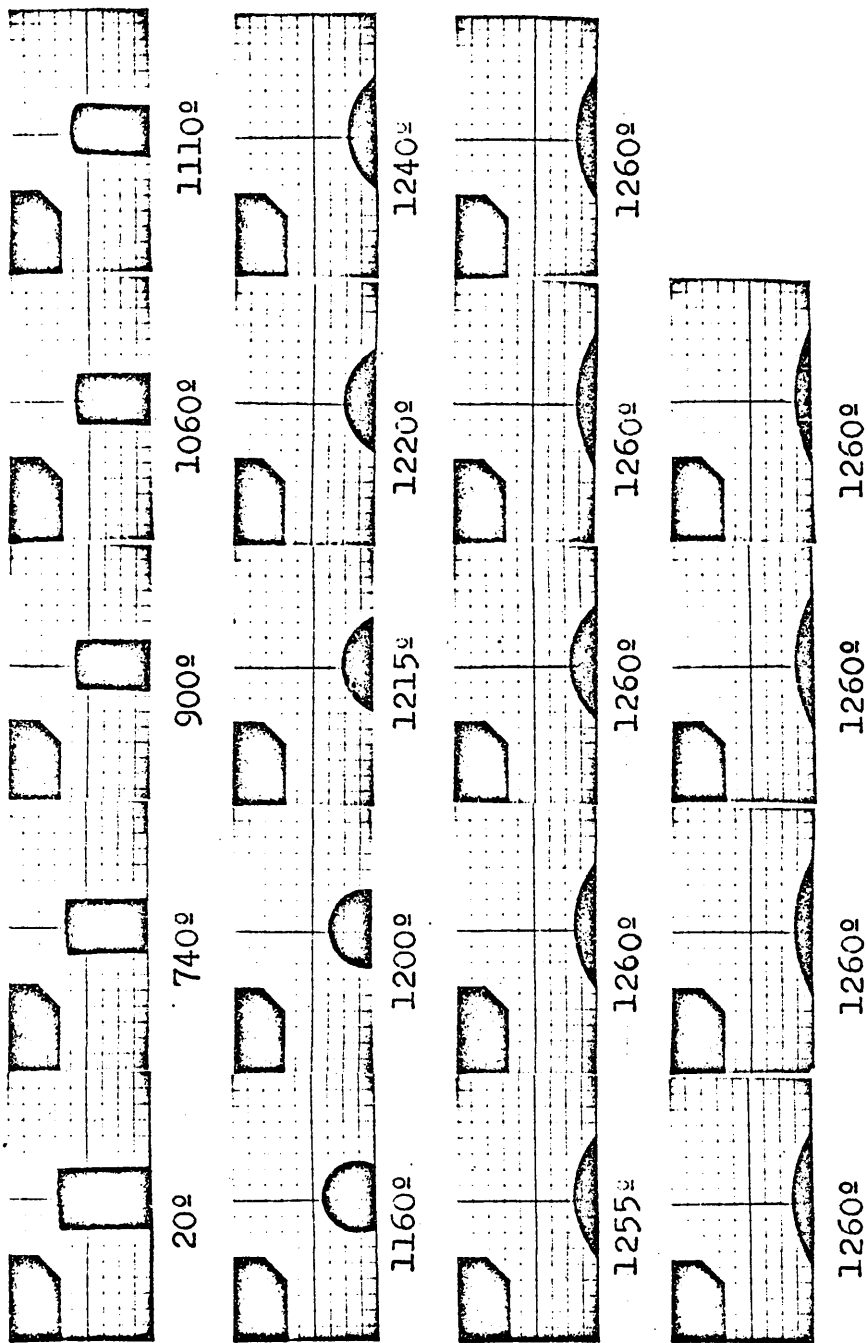
FOTOGRAFIA NUM. 4



Serie núm.4 .

Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción: vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1185°C. Curva de calefacción. Número 2.

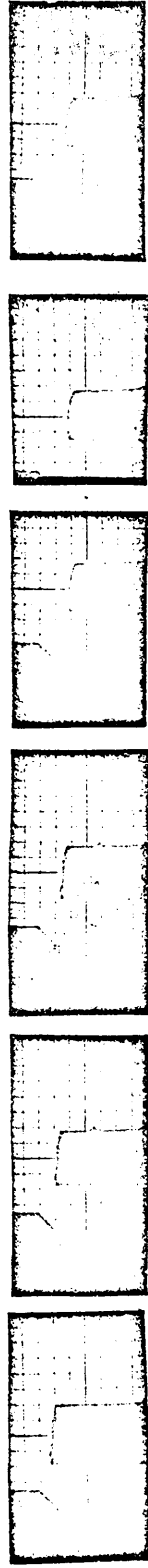
FOTOGRAFIA NUM. 5



Serie núm. 5 .

Variación del ángulo de contacto con el tiempo de calefacción: vidrio borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1260°C. Curva de calefacción núm. 2.

FOTOGRAFIA NUM. 6



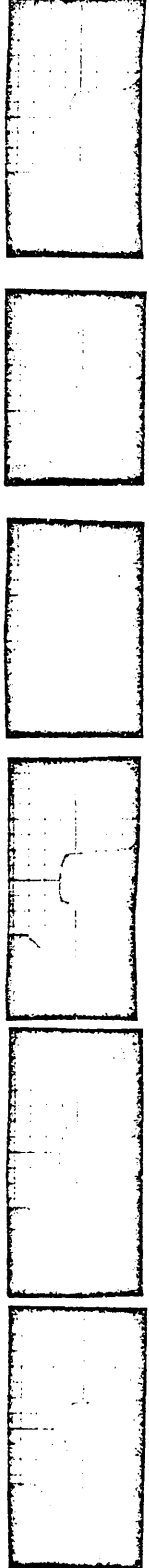
20°

680°

710°

950°

1010°



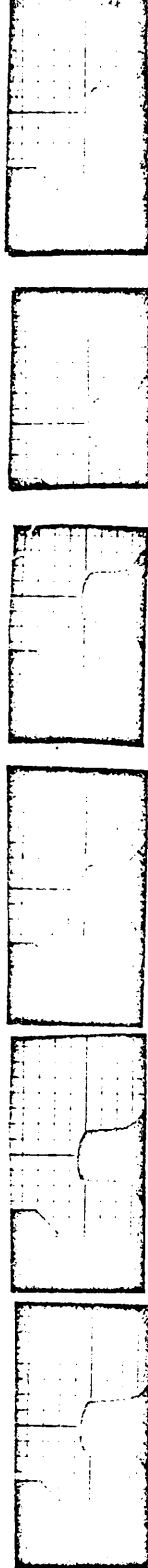
1050°

1080°

1110°

1130°

1140°



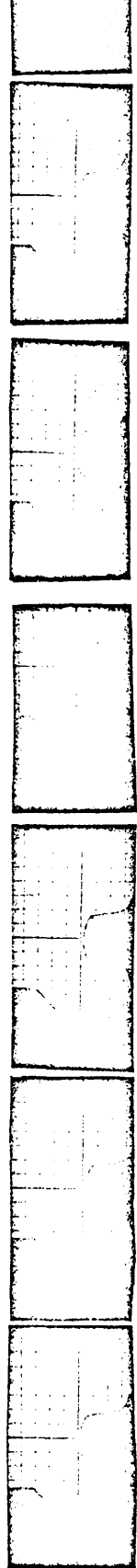
1140°

1140°

1140°

1140°

1140°



1140°

1140°

1140°

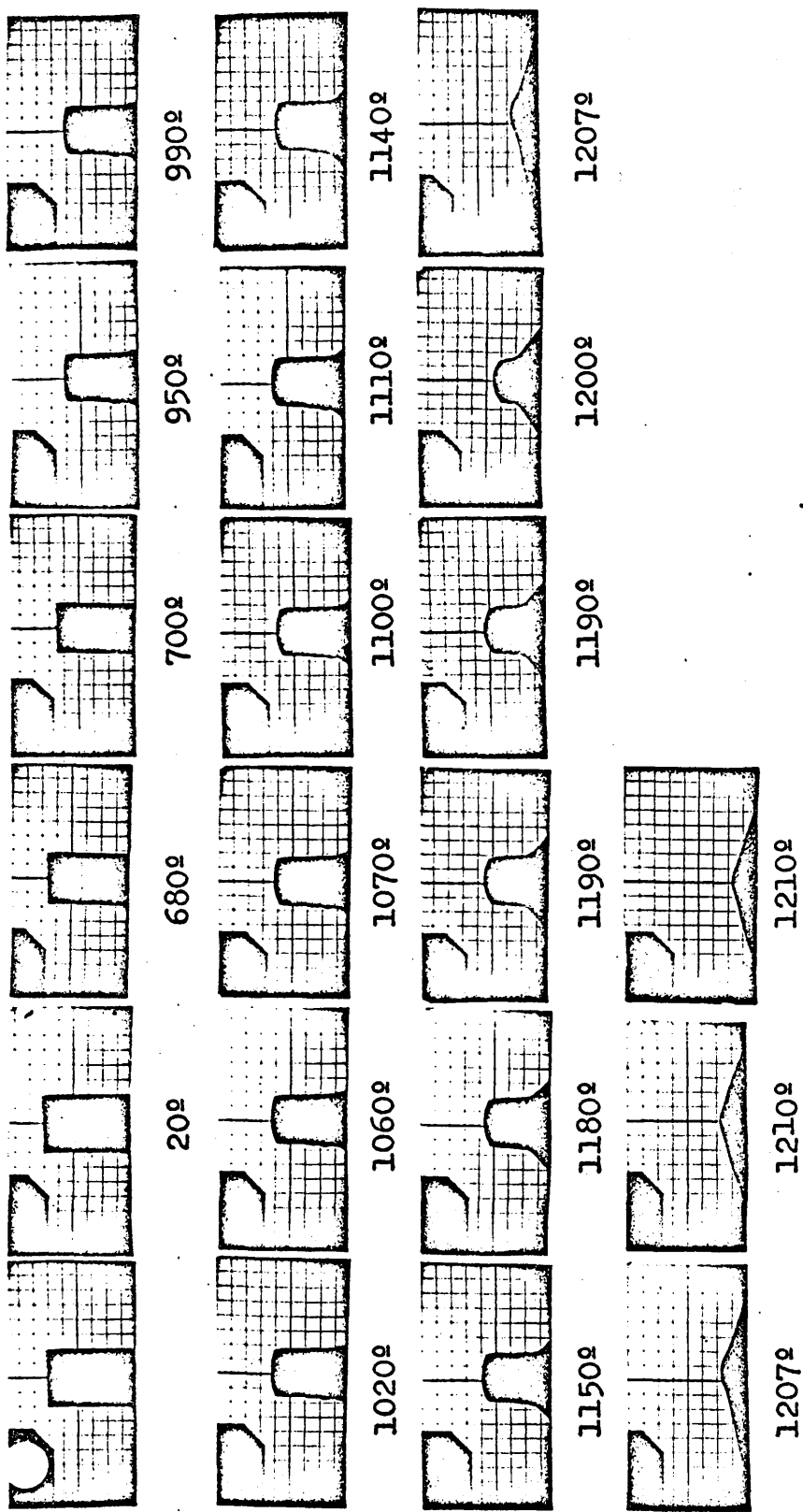
1140°

1140°

Serie núm.6 .

Efecto de los Aditivos. Adición del 3% de Li<sub>2</sub>O. Vidrio de borosilicato. Temperatura máxima de calefacción 1140°C. Curva de calefacción núm. 2.

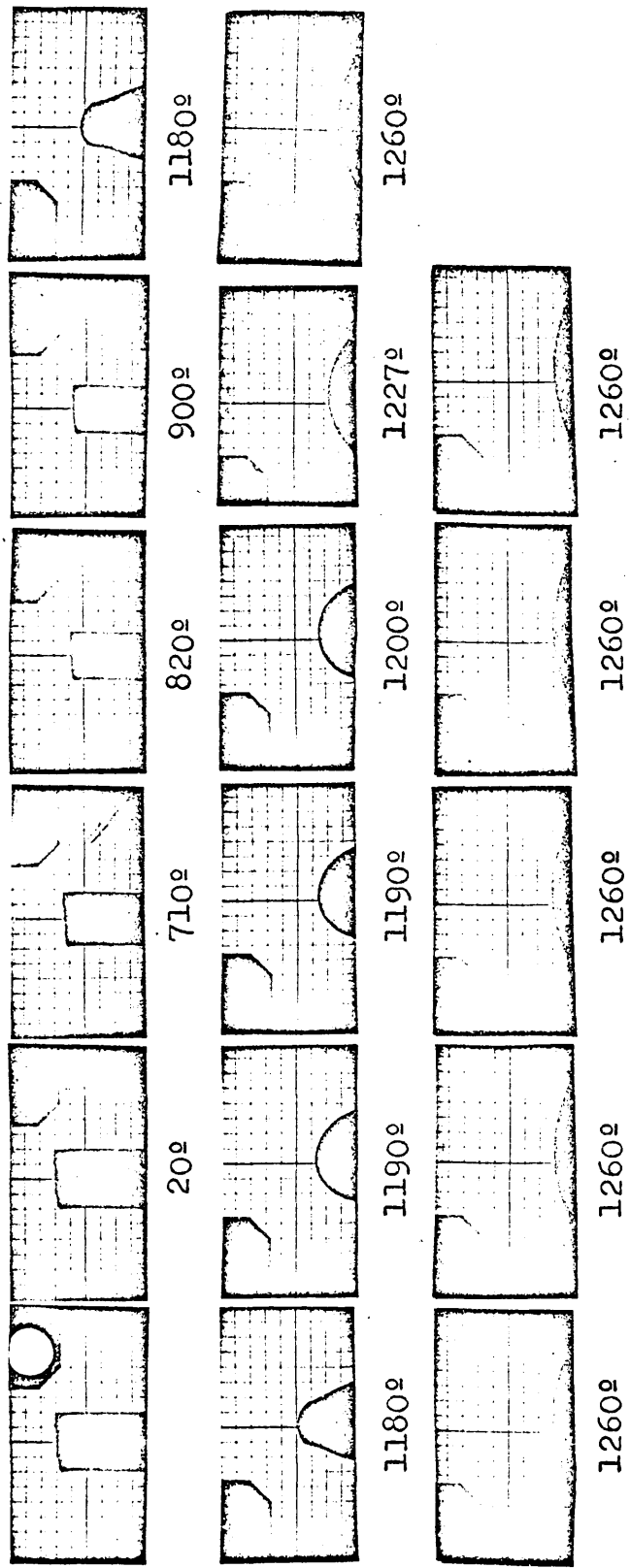
FOTOGRAFIA NUM. 7



Serie n<sup>o</sup>m. 7

Efectos de los Aditivos. Adición del 3% de Li<sub>2</sub>O. Vidrio de borosilicato. Temperatura máxima de calefacción: 1210°C. Curva de calefacción n<sup>o</sup>m. 2.

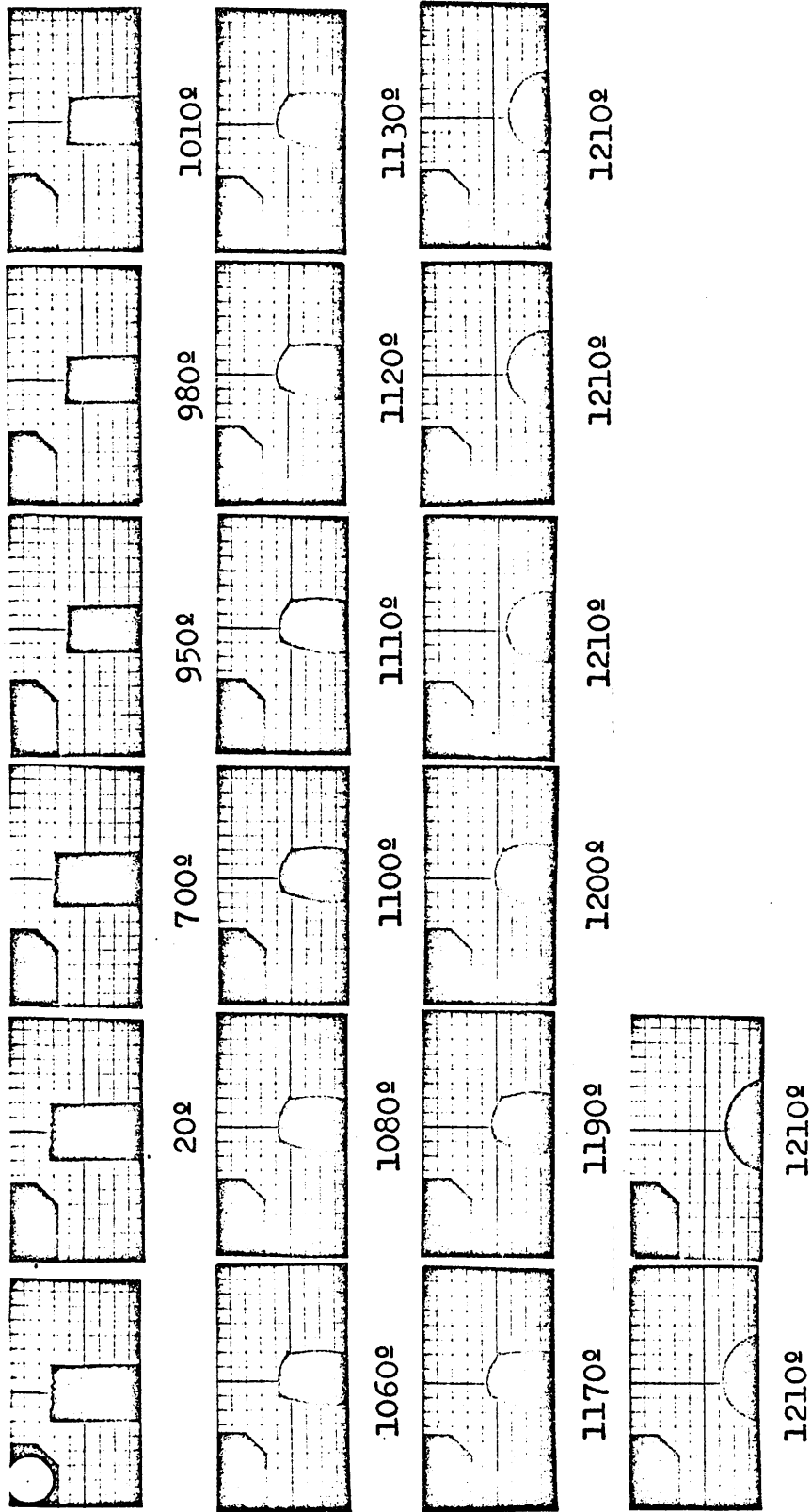
FOTOGRAFIA N<sup>o</sup>m. 8



Serie núm. 8.

Efecto de los Aditivos. Adición del 1% de  $\text{Li}_2\text{O}$ . Vidrio de borosilicato. Temperatura máxima de calefacción: 1260°C. Curva de calefacción núm. 2.

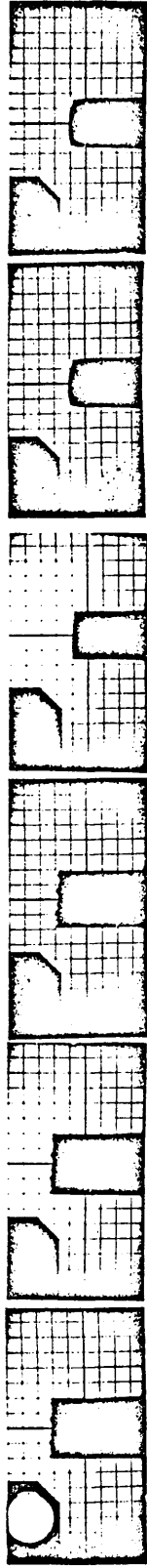
FOTOGRAFIA NUM. 9



Serie núm. 9

Efecto de los Aditivos. Adición del 1% de  $MO_2O_3$ . Vidrio de borosilicato. Temperatura máxima de calefacción: 1210°C. Curva de calefacción núm. 2.

FOTOGRAFIA NUM. 10



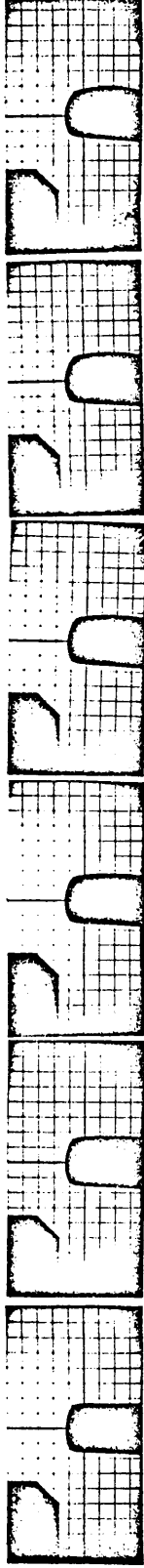
20°

710°

840°

960°

990°



1010°

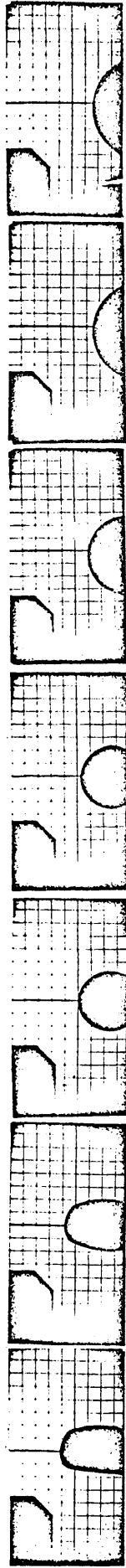
1060°

1080°

1100°

1110°

1120°



1140°

1170°

1200°

1200°

1210°

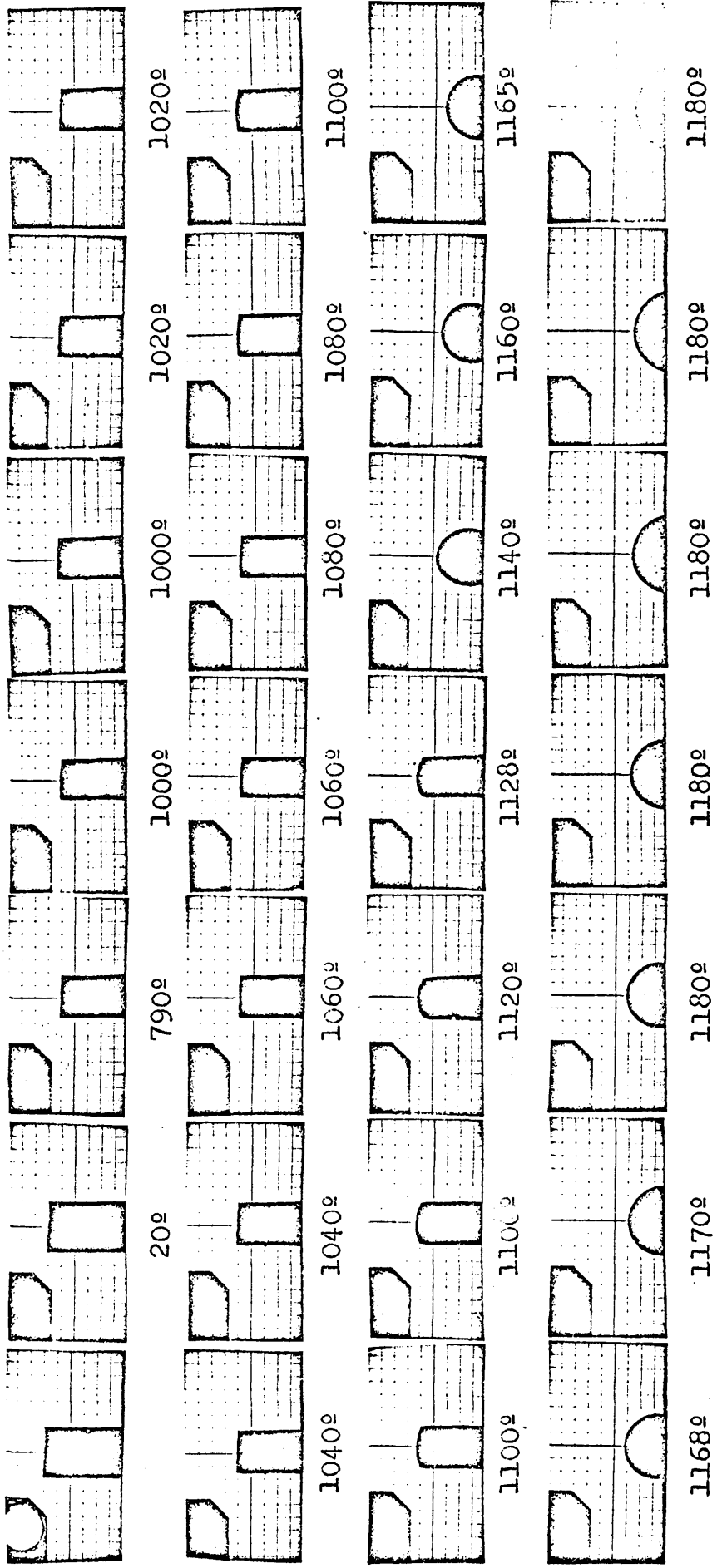
1210°

1210°

Serie núm. 10

Efectos de los Aditivos. Adición del 3% de  $MO_2O_3$ . Vidrio borosilicato.  
Temperatura máxima de calefacción 1210°C. Curva de calefacción núm. 2.

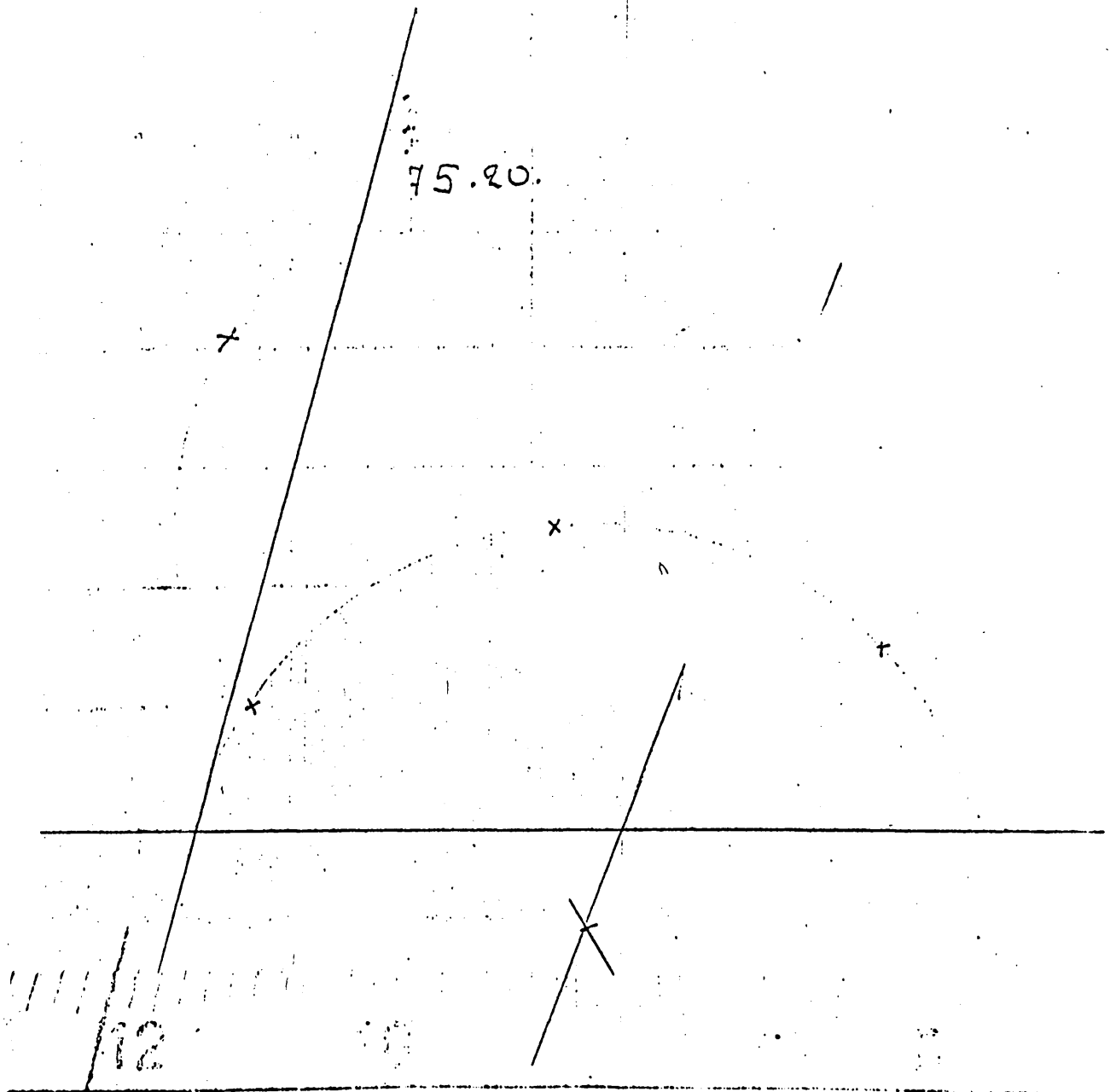
FOTOGRAFIA NUM. 11



Serie núm. 11.

Efecto del Ciclado Térmico. A partir de los 1000°C, cada 20°C periodos de los minutos a temperatura constante. 40 minutos en la temperatura final de 1180°C, midiéndose la variación del ángulo de contacto con el tiempo cada 5 minutos. Vidrio borosilicato. Curva de calefacción núm. 3.

FOTOGRAFIA NUM. 12



Ejemplo ilustrativo de como se han calculado gráficamente los ángulos de contacto. Fotografía correspondiente a la serie núm. 8. Fotografía núm. 10, adición 1 % de  $\text{Li}_2\text{O}$ .

FOTOGRAFIA NUM. 13

## Discusión de los resultados.

### A) Efecto de la temperatura.

Se han estudiado dos vidrios, uno de borosilicato y otro de borosilicato más un 15 % de caolín.

Ambos vidrios presentaron un punto de reblandecimiento muy similar, próximo a los 1.110 °C. Sin embargo, el vidrio de borosilicato formó antes la semiesfera característica, que se toma como punto de fusión, en los 1.260 °C. A continuación se fotografió el proceso hasta alcanzar los 1.400 °C, lográndose ocho medidas de ángulo de contacto. En el caso del vidrio de borosilicato, con el 15 % de caolín, hubo de aumentar la temperatura hasta los 1.390 °C para conseguir ver formarse la semiesfera, tomándose a continuación dos fotografías más, a 1.395 y 1.400 °C. En la figura 12 puede observarse como la curva correspondiente a este último vidrio presenta una fuerte pendiente en estos tres últimos puntos.

### B) Efecto del tiempo de calefacción. Proceso isotérmico.

Como ya se ha dicho anteriormente en la bibliografía consultada hemos encontrado referencias de ensayos similares pero utilizando vidrio de otra naturaleza, sobre bases de metales nobles. Así mismo, los resultados obtenidos se presentaban en períodos de tiempo de un máximo de 15 minutos.

En este ensayo hemos utilizado el vidrio de borosilicato, que es el aglomerante normalmente empleado en toda la presente investigación, sobre plaquitas de corindón ( $\alpha$ -alúmina). La curva de calefacción utilizada se acomodó bastante bien con la curva de calefacción núm. 2. Se han considerado dos temperaturas máximas, 1.260 y 1.160°C, tomando fotografías cada cinco minutos durante períodos de tiempo superiores a los 40 minutos.

Se presentan los resultados en las gráficas de la figura 13. Las curvas obtenidas nos han sugerido la posibilidad de repetir esta representación utilizando papel log log, efectivamente, así se ha hecho en las gráficas de la figura 14. Los resultados experimentales correspondientes a cada temperatura máxima, ángulo de contacto-tiempo en minutos, en su representación log log, proporcionan una serie de puntos marcadamente alineados, exceptuando, en los dos casos el punto inicial (tiempos de 2 y 5 minutos). Estas dos rectas presentan también un paralelismo que se comprueba fácilmente comparando, bien gráficamente o por cálculo analítico, sus coeficientes angulares.

En efecto, se han ajustado por el método de los mínimos cuadrados los valores experimentales obtenidos (ver detalle en la tabla núm. 6) obteniéndose los siguientes resultados:

Temperatura máxima, °C	Expresión calculada por mínimos cuadrados.	Coficiente angular
1.180	$\log \theta = -0,36 \log t + 2$	-0,36
1.260	$\log \theta = -0,29 \log t + 2$	-0,29

TABLA NUM. 6 .- Efecto del tiempo de calefacción. Resultados experimentales.

Los valores experimentales de los coeficientes angulares nos comprueban el paralelismo apuntado entre las rectas representadas gráficamente en la figura 14. Asimismo se nota una tendencia a ser paralelas al eje de los valores del  $\log \theta$ .

A continuación se calculan algunos valores característicos del tiempo  $t$ , para lograr determinados ángulos de contacto.

Temperatura máxima, °C	Tiempo, $t$ , en minutos, necesario para obtener un ángulo de contacto de			
	1°	30°	60°	90°
1.180	∞	27,60	4,12	1,34
1.260	∞	64,60	5,85	1,39

Los resultados experimentales obtenidos y su posterior análisis hacen pensar en que los hechos ocurren como si el ángulo de contacto,  $\theta$ , variará en forma exponencial con el tiempo,  $t$ , durante un proceso isotérmico, expresando éstos matemáticamente con una expresión del tipo:

$$\theta_t = \theta_0 t^n$$

en donde:

$\theta_t$  = ángulo de contacto en grados sexagesimales.

$\theta_0$  = es una constante, la cual tiene el valor del correspondiente a un tiempo de un minuto.

$t$  = tiempo en minutos.

$n$  = coeficiente angular de las rectas, en la representación log log.

Se ha respetado esta experiencia tomando como temperatura máxima los 1.140 °C. Los resultados experimentales, según se observa en las gráficas, hacen presentir los hechos que se manifiestan en las dos temperaturas anteriormente consideradas.

### C) Efecto de los aditivos.

En general podemos considerar que los aditivos producen dos efectos fundamentales, o bien disminuyen el ángulo de contacto, aumentando, por consiguiente, el grado de mojado de corindón por el vidrio, o bien disminuyen la temperatura de reblandecimiento permitiendo obtener los mismos ángulos de mojado a temperaturas menores. Asimismo,

en algunos casos, se ha observado un aumento de la viscosidad de vidrio debido posiblemente a disolución de

$\text{-Al}_2\text{O}_3$  de la bandeja.

#### C-1) Efecto del litio.

El principal efecto de este aditivo fué rebajar el punto de semiesfera. En efecto, adiciones del 1 % lo rebajaron 60 °C.

Con respecto al ángulo de contacto no se ha observado una disminución notable del mismo, pudiendo explicarse estos hechos por que los cationes de litio, a pesar de su pequeño volumen tengan poca facilidad para emigrar hacia la superficie y, por consiguiente, incrementar la concentración superficial del óxido.

Por último, las adiciones del 3 % de  $\text{Li}_2\text{O}$  manifiestan junto con un fuerte aumento de las propiedades de mojado, un incremento de la viscosidad, formándose en lugar de la semiesfera característica, una forma de sombrero. Esto es debido a la desvitrificación que se comprobó mediante análisis con rayos X del vidrio formado.

#### C-2) Efecto del molibdeno.

La adición del 1 y del 3 % de  $\text{Mo}_2\text{O}_3$  produjo una reducción del punto de reblandecimiento de 50 y 100 °C respectivamente.

Por otra parte, ambas adiciones rebajaron 50 °C la

temperatura de calefacción necesaria para obtener en un período de tiempo relativamente corto (15 minutos), ángulos de contacto inferiores á 90 °C, es decir, un mojado aceptable del corindón por el vidrio aglomerado; sin embargo, no se ha significado mucho las ventajas de pasar del 1 al 3 % de  $\text{Mo}_2\text{O}_3$  a este respecto.

## Conclusiones al estudio del ángulo de contacto.

De los resultados experimentales obtenidos así como de la discusión de los mismos se pueden deducir las siguientes conclusiones:

1) Las experiencias realizadas han conducido a proponer una expresión exponencial para relacionar el ángulo de contacto y el tiempo de calefacción  $\theta_t = \theta_0 t^n$ , siendo  $\theta_0$  el ángulo de contacto en un tiempo cero,  $t$  el tiempo en minutos,  $n$  la pendiente de la recta en la expresión log log de la ecuación propuesta.

2) La adición del 1 % de litio se ha revelado como la más convincente no solo desde el punto de vista de disminuir indirectamente el ángulo de contacto sino de disminuir también el punto de reblandecimiento. Sin embargo, han aparecido efectos perjudiciales con concentraciones del 3 %. Asimismo, son notables los efectos de las adiciones del 1 y del 3 % de molibdeno, más con respecto a disminuir el punto de reblandecimiento que a rebajar la temperatura máxima de sinterización. No se notó mucha diferencia al pasar del 1 al 3 % de  $\text{Mo}_2\text{O}_3$ .

A continuación se describirá el proceso de fabricación, mediante el cual se obtendrán las probetas de corindón aglomerado, que serán objeto de los siguientes estudios:

- 1) Tipo de empaquetamiento e índice de coordinación.
- 2) Textura.

Con esto quedarán definidos, de una forma inicial, los parámetros esenciales que caracterizan a la microestructura de las muelas de corindón aglomerado.

Fabricación de las probetas.

## Proceso de fabricación de las probetas.

Se puede considerar como uno de los aspectos más esenciales del presente estudio, la determinación de las variables que condicionan el proceso de fabricación del corindón aglomerado. Como ya se indicó en la Introducción, esta tecnología se caracteriza por un acentuado silencio bibliográfico, por lo cual hubo que develar las peculiaridades de este proceso de fabricación, el cual, aún dentro de las operaciones básicas de la ingeniería cerámica, ofrece una notable personalidad.

Se descartó el uso y adquisición en el comercio de las probetas por los siguientes criterios:

- 1). El indudable interés tecnológico de este tipo de manufactura, puesto que toda la información actual está en forma de patentes extranjeras.
- 2). La adquisición de piezas comerciales hubiera obligado a consultas con los fabricantes y, por consiguiente, a una reserva discreta sobre puntos importantes de esta tecnología.
- 3). Las propiedades físicas de cualquier producto cerámico dependen en gran medida del proceso de fabricación seguido durante su manufactura.
- 4). El uso de materias primas de origen nacional.

Corindón

CLASIFICACION

Análisis granulométrico  
Tiempo de tamizado.

Vidrio  
aglom.

DOSIFICACION

Formulaciones y composi-  
ciones del diagrama trian-  
gular.

Aglom. org.

Agua

MEZCLA

% humedad óptima para con-  
seguir una buena mezcla.

MOLDEO

Presión  
Velocidad de moldeo  
Tiempo de carga

SECADO

Velocidad de secado.

SINTERIZACION

Temperatura máxima  
Velocidad de la calefacción

INSPECCION  
Y  
ACABADO

DIAGRAMA DE FLUJO

VARIABLES QUE SE HAN ESTUDIADO

## Resumen del proceso de fabricación y diagrama de flujo.

El proceso de fabricación comprende las operaciones de clasificación, dosificación, mezcla, moldeo, secado, sinterización e inspección final.

Las materias primas, corindón y vidrio, se almacenan clasificadas en sus correspondientes granulometrías. Efectuada la dosificación elegida, los materiales se mezclan en seco, añadiéndoles a través del agua de humectación, pequeñas adiciones de aglomerantes temporales y otros productos fluidizantes. Una vez finalizada la mezcla, se introduce la pasta en los moldes de acero y se opera la prensa hidráulica, proporcionando la forma y el empaquetamiento del corindón aglomerado. Los frágiles compactados, se introducen en el secadero, en donde se controla la velocidad de su secado. La operación de sinterización, entendiéndose como tal la aglomeración en caliente, da su forma y estructura definitiva a las probetas. Por último, éstas se mecanizan con herramienta de diamante, cilindrándose y refrentándose las piezas con el fin de conseguir, eliminando las capas exteriores, una uniformidad no solo en la geometría, sino también en la estructura media del producto.

Con estas normas se han confeccionado las probetas de corindón aglomerado que son objeto de las medidas de porosidad, conductividad térmica y resistencia mecánica.

Se puede destacar como uno de los aspectos de más interés tecnológico en el proceso de fabricación, el diseño y construcción de un molde flotante. Este tipo de utillaje,

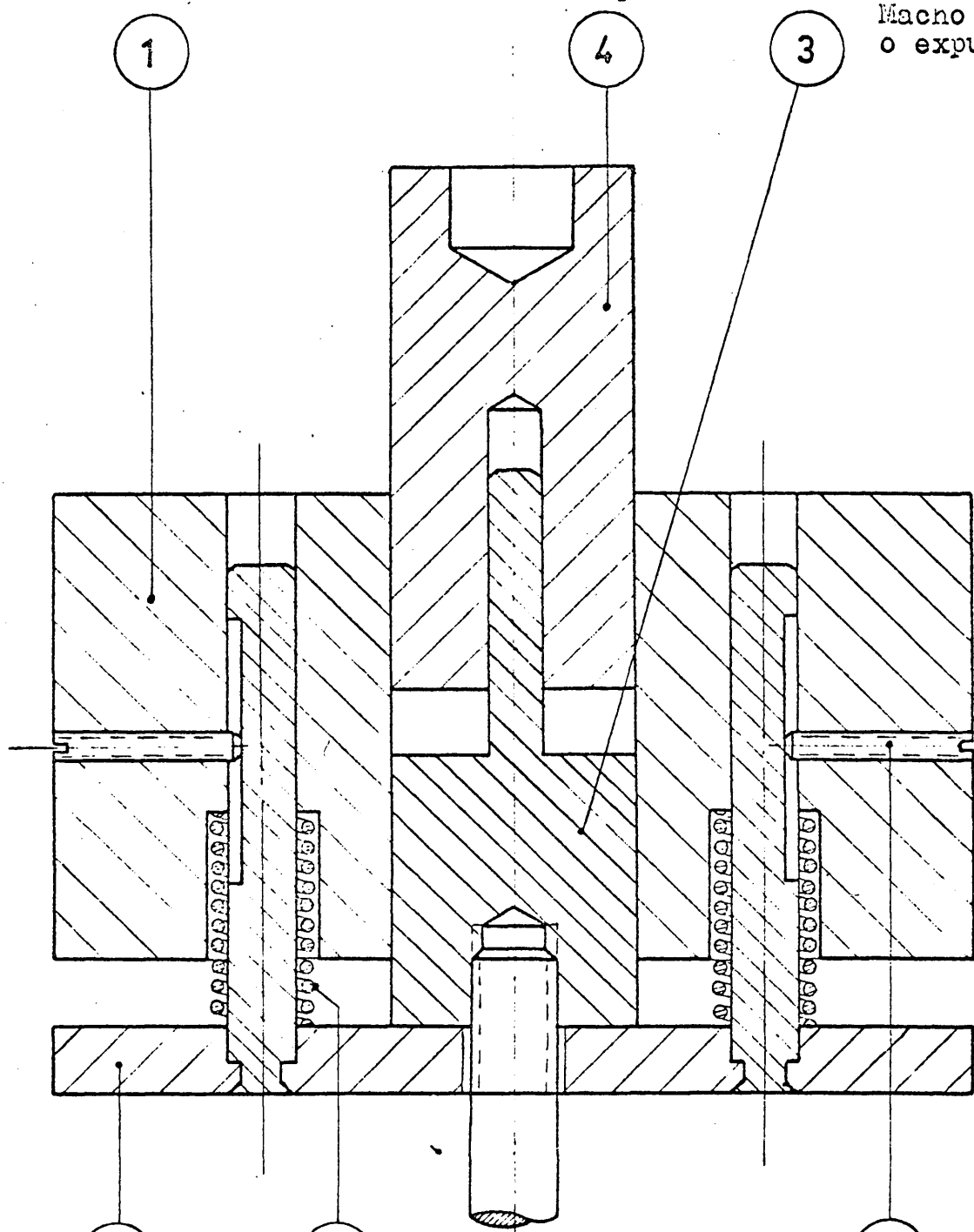
de gran desarrollo en los últimos tres años, no ha sido tratado convenientemente por la bibliografía técnica. A continuación se hace un resumen del estudio que en su día se hizo para la ejecución del molde flotante, junto con la descripción de otros aparatos utilizados.

### Aparatos empleados en los ensayos efectuados para el proceso de fabricación del corindón aglomerado.

#### Molde de matriz flotante.

El principio del molde de matriz flotante es simple. En él, la matriz permanece "flotando" sobre un sistema elástico que suele consistir en un conjunto de muelles convenientemente dispuestos. Tan pronto como la presión aplicada sobre el macho llega a ser suficientemente grande como para aglomerar las partículas de polvo en una masa coherente, parte de la presión se traslada a las paredes de la cavidad del molde o matriz. Las fuerzas de fricción llegan a ser tan elevadas que vencen la tensión del muelle. Aumentando la presión de compresión, la matriz se traslada a lo largo con el macho que ejerce la presión, y las fuerzas de fricción la obligan a deslizarse sobre el macho expulsor, el cual permanece sólidamente soportado, de forma parecida a como se introduce un guante sobre un dedo. La fricción de las partículas equilibra la proporción de compresión entre el macho y el expulsor, por lo que la densificación del compacto progresa igualmente en las dos bases opuestas, equilibrándose en un plano neutro situado entre ambas.

Machos inferiores  
o expulsados



Placa soporte

Muelle

Chaveta de deslizamiento.

Tolerancias no indicadas

Ref. PROPIA					
<input type="checkbox"/> Cotas a comprobar especialmente					
MATERIAL Y TRATAMIENTO					
Letra	MODIFICACION			Fecha	F
Escala 1:1	N.º de piezas	MOLDE FLOTANTE			H

Proyectado	Fecha	Nombre	Sustituye a	Sustituido por
Dibujado	2 - 64	Bolivar	N.º MF	00
Verificado		Sanz		

## Criterios de diseño.-

Se ha elegido una forma cilíndrica con o sin agujero central, para las probetas. El diámetro de las probetas se ha fijado en 3,56 cm., lo cual nos determina el diámetro de la cámara de prensado. Con respecto a la altura se ha escogido 3,45 cm. Los detalles constructivos se adjuntan en los planos anexos.

Los muelles han sido calculados con un intervalo de amortiguación conveniente como para hacer flotar el cuerpo del molde matriz en el intervalo de 50 á 800 kg/cm<sup>2</sup>.

Una vez fabricado el molde, se procedió al tarado estudiando la amortización de los muelles para una escala de presiones. Los resultados fueron satisfactorios.

## Prensa.-

### Puesta a punto y calibrado de la prensa.-

Características de la prensa:

TONNINDUSTRIE

Diámetro del pistón: 10,40 cm.

Superficie del pistón:  $\frac{x (10,40)}{4} = 85 \text{ cm}^2.$

Presión: 250 kg/cm<sup>2</sup>.

Fuerza: 85 cm<sup>2</sup> x 250 kg/cm<sup>2</sup> = 21,25 Tm.

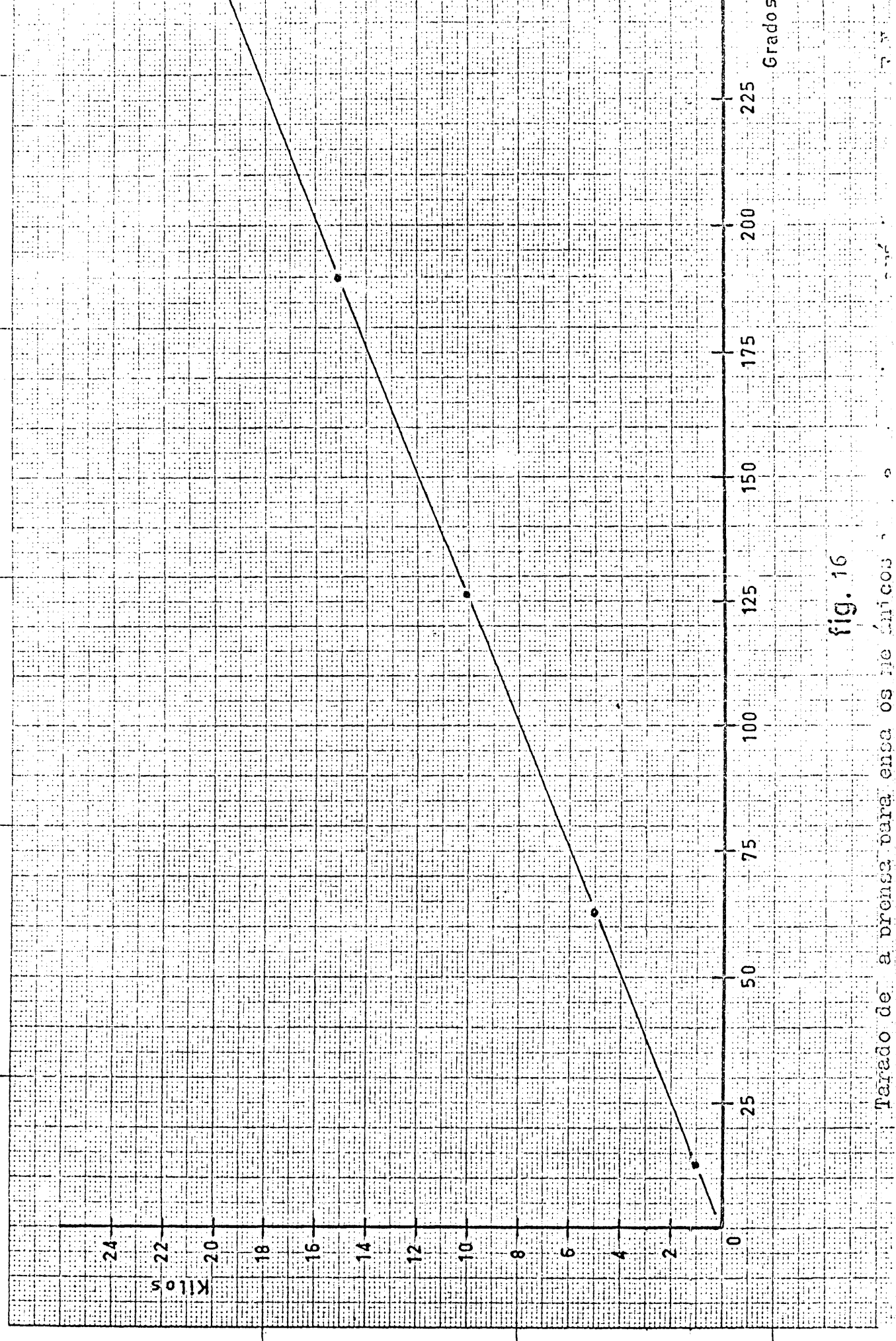


fig. 16

Tarado de a prensa para ensa os de ánicos

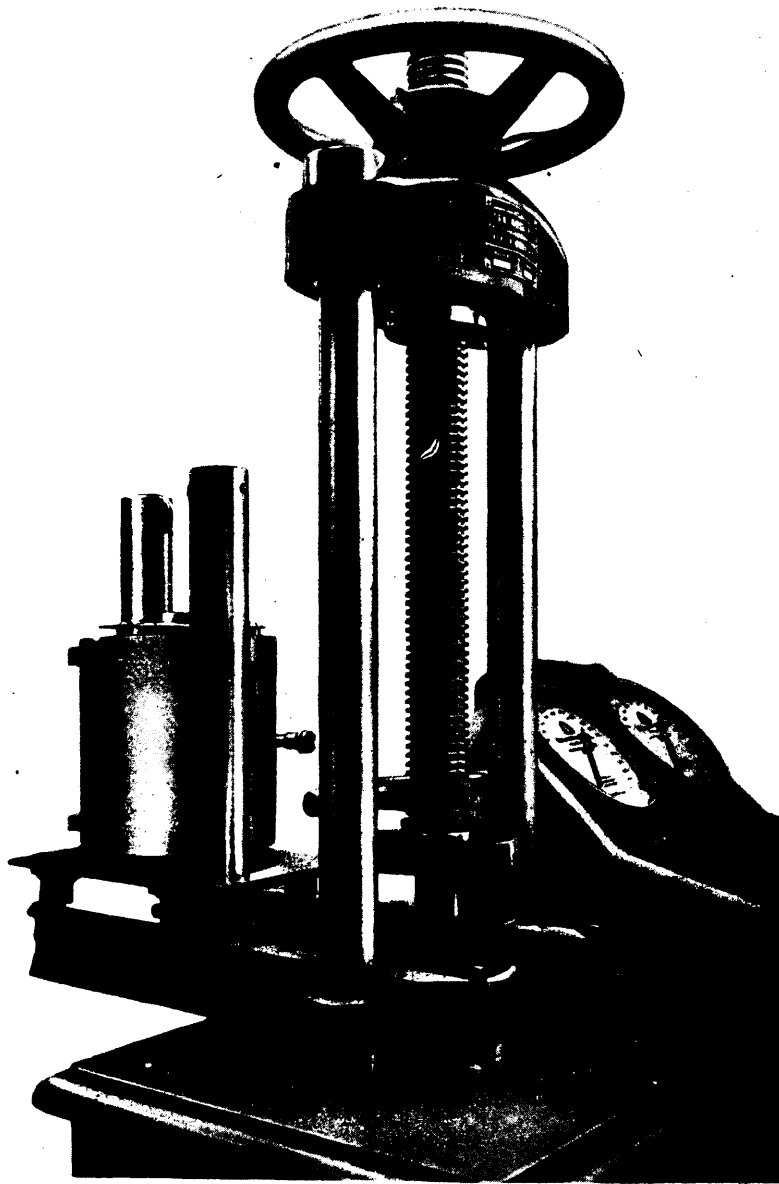
La fuerza se mide por medio de un manómetro de precisión, cuya esfera tiene un diámetro de 250 mm. y unas divisiones de grado a grado hasta los 270 grados.

Se ha efectuado un tarado de la prensa con un cilindro Amsler, obteniéndose la gráfica de la figura núm. 16.

#### Horno.-

Se ha empleado un horno mufla de calefacción eléctrica, cuya temperatura máxima admisible es de 1.300 °C. La potencia eléctrica es de 4 kw. La temperatura se midió con un termopar Pt -Pt Rh 10 %.

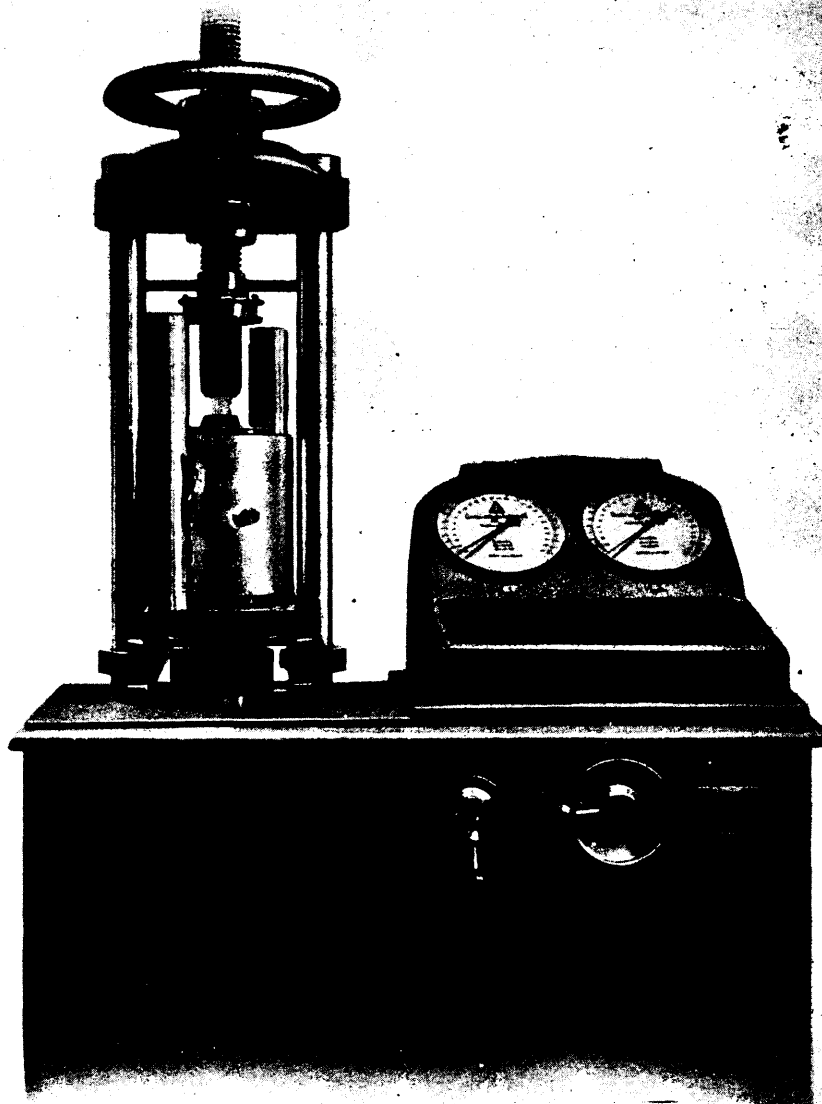




FOTOGRAFIA NUM. 14

Prensa TONNINDUSTRIE empleada para la fabricación de las probetas, así como para los ensayos de resistencia mecánica.





FOTOGRAFIA NUM. 15

Prensa TONNINDUSTRIE empleada para la fabricación de las probetas, así como para los ensayos de resistencia mecánica.



II.c - Índice de coordinación y tipo de empaquetamiento.

Técnica de Estudio:

Medidas de la porosidad



El índice de coordinación y el tipo de empaquetamiento, parámetros caracterizadores de la microestructura del corindón aglomerado, son función de la porosidad que presentaba el aglomerado. En la página 48 figura un cuadro en el cual se correlacionan diferentes valores del índice de coordinación y del tipo de empaquetamiento para otros fijos de la porosidad.

En las páginas siguientes, después de describir brevemente las técnicas empleadas para medir la porosidad, se efectúan una serie de ensayos encaminados a ver las diferentes variables que pueden influir sobre la porosidad, y, por consiguiente, sobre el índice de coordinación y el tipo de empaquetamiento, condicionándose los efectos de la dosificación y presión de moldeo. De esta forma, se han puesto a punto unas técnicas que permiten al abrasivista el control de este parámetro de caracterización.

## Técnicas empleadas para efectuar las medidas de porosidad.

Como se indicó en el Plan de Trabajo, se han utilizado dos métodos para las medidas de porosidad, Norma DIN 1065 y un método rápido por pesada e inspección de las probetas cilíndricas.

### Norma DIN 1065.--

Se basa esta NORMA en el método de Arquímedes, en el cual se determina: Peso en seco, G, peso en húmedo, Gw, y peso en agua, W. La impregnación de agua se efectúa por ebullición prolongada en agua destilada de las probetas previamente desecadas. Otra variante de este método, que también se ha utilizado, es la impregnación de agua empleando vacío.

### Método rápido.--

Conociendo la densidad de producto aglomerado y las de sus componentes, se determina el volumen mediante medidas geométricas de la altura y del diámetro de la probeta cilíndrica. Con estos datos se determina fácilmente la porosidad, la cual es exclusivamente abierta por la naturaleza de estos productos.

Empleando estos métodos, se efectuaron unas medidas de la porosidad obtenida al variar la dosificación, la presión de moldeo y el tiempo de aplicación de la presión má-

xima. Por último, se llevó a cabo una breve demostración experimental de la utilidad que tienen estas sencillas determinaciones de la porosidad, como método elemental para conocer las posibles anomalías en la estructura, estudiando un caso concreto: La modificación del tipo de empaquetamiento, originada por la aplicación de una presión excesiva durante el proceso de moldeo, por romperse los granos, aumentando las fracciones de finos. Por determinaciones de porosidad se averigua la anormalidad de esta situación.

#### Variación de la porosidad con diferentes dosificaciones del grano abrasivo y del vidrio aglomerante.

A continuación pasaremos a exponer los resultados experimentales obtenidos al medir la porosidad de una serie de probetas confeccionadas con diferentes proporciones de grano abrasivo y vidrio aglomerante, manteniendo estas proporciones dentro de los márgenes de las dosificaciones normales en la manufactura de los productos de corindón aglomerado para usos abrasivos.

Se han mantenido fijas las variables siguientes: grano de corindón, tamaño 60; vidrio aglomerante de borosilicato; humedad de la mezcla, 8 %; tiempo de moldeo, 15 segundos; presión de moldeo, 665 kg/cm<sup>2</sup>. y temperatura de sinterización, 1.260 °C.

Resultados de las experiencias:

Dosificación en peso		Porosidad abierta media %
Abrasivo %	Vidrio aglo- merante, %.	
96,00	4,00	34
91,00	9,00	31
89,50	10,50	28
85,00	15,00	26

TABLA NUM. 7 .- Resultados experimentales: Variación de la porosidad con la dosificación.

La recta representada en la figura núm. 17 expresa gráficamente estos resultados.

Se observa una variación lineal entre la porosidad y la dosificación en el intervalo considerado.

Calculando la expresión analítica obtenemos:

$$\underline{P} = 0,73 C - 36$$

$\underline{P}$  = % porosidad.

$C$  = % de corindón.

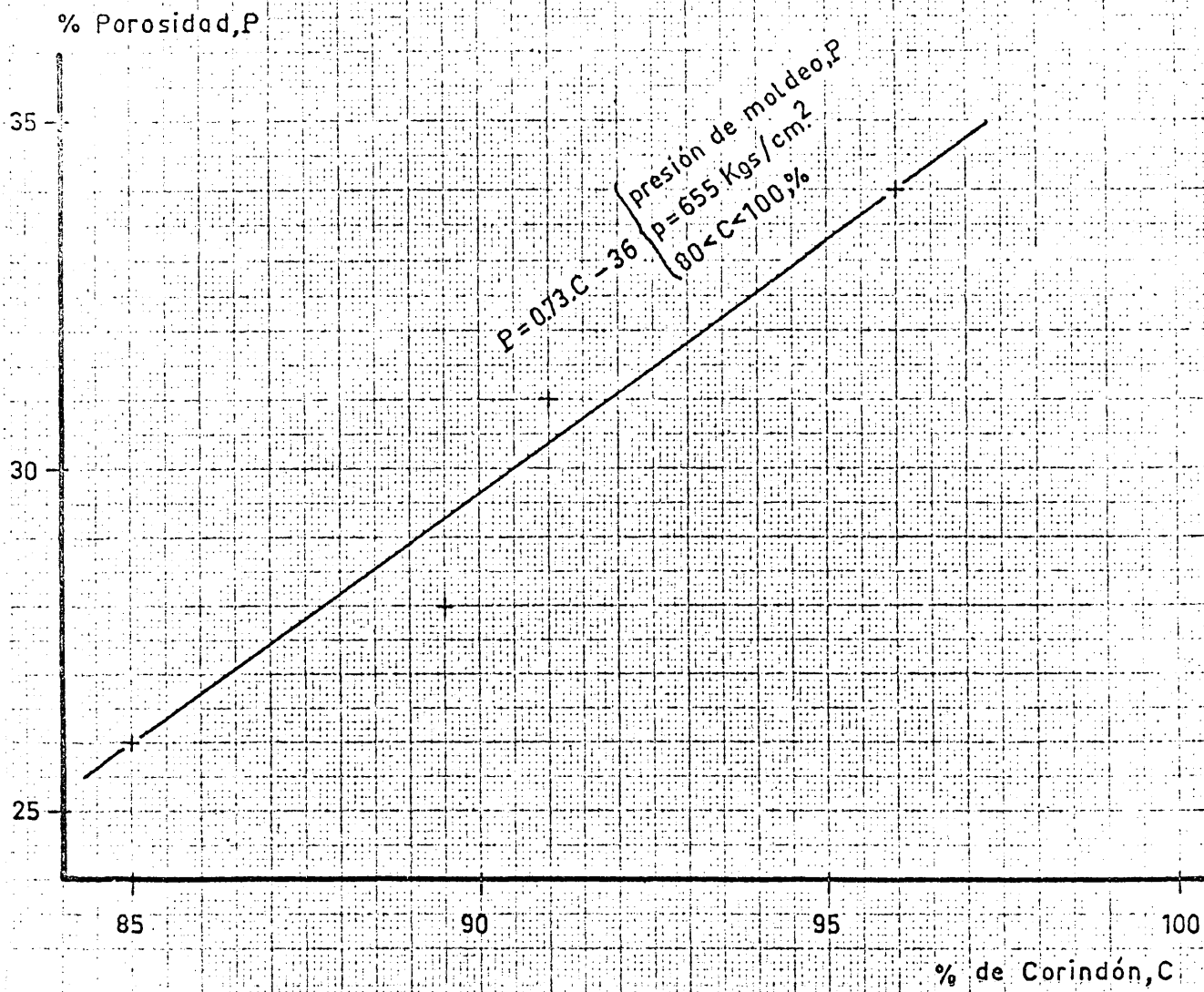


fig. 17

Variación de la porosidad con la dosificación, manteniendo constante la presión de moldeo.

## Variación de la porosidad con la presión máxima de moldeo.

En esta experiencia se tratará de condicionar la porosidad final del aglomerado interviniendo en la presión de moldeo.

Condiciones de la experiencia:

Tipo de vidrio aglomerante: Vidrio de borosilicato.

Grano abrasivo: Corindón grano 60.

Composiciones estudiadas:

96 % de corindón más 4 % de vidrio aglomerante.

85 % de corindón más 15% de vidrio aglomerante.

Humedad de la pasta: 8 %

Tiempo de moldeo: 15 segundos.

Temperatura máxima de sinterización: 1.250 °C.

Velocidad de calefacción: 250 °C/1 hora.

La cocción se mantuvo durante media hora á 1.250 °C, con el fin de lograr una buena uniformidad de la temperatura máxima final.

Los resultados experimentales se expresan en la tabla núm. 8.

Estos resultados experimentales se han representado en la figura núm. 18 mediante una gráfica de porosidad-logaritmo de la presión de moldeo, obteniéndose rectas del tipo  $P = A \log p + H$ , en la que se comprueba como el tanto por ciento de porosidad,  $p$ , es una función lineal del

logaritmo de la presión, p. Las dos rectas obtenidas son:

$$\underline{P} = -21 \log p + 90 \quad \text{para el 96 \% de corindón.}$$

$$\underline{P} = -23 \log p + 95 \quad \text{para el 85 \% de corindón.}$$

Presión máxima de moldeo, kg/cm <sup>2</sup> .	Porosidad abierta, %	
	Para la composición del:	
	96 % de corindón	85 % de corindón
287	40	33
410	38	30
551	35	27
655	34	26
735	32	25
816	30	23

TABLA NUM. 8 .- Resultados experimentales: Variación de la porosidad con la presión máxima de moldeo para dos composiciones.

Estudiando los coeficientes angulares de estas dos ecuaciones vemos como es cierto el paralelismo que, a simple vista, se observa en la figura núm. 18 puesto que en ambos casos el ángulo es de 12,50° con un error de medio grado. Por consiguiente, podemos concretar la expresión propuesta tomando, por ejemplo, un valor medio del coeficiente angular, con lo que obtendremos:  $\underline{P} = -22 \log p + H$ .

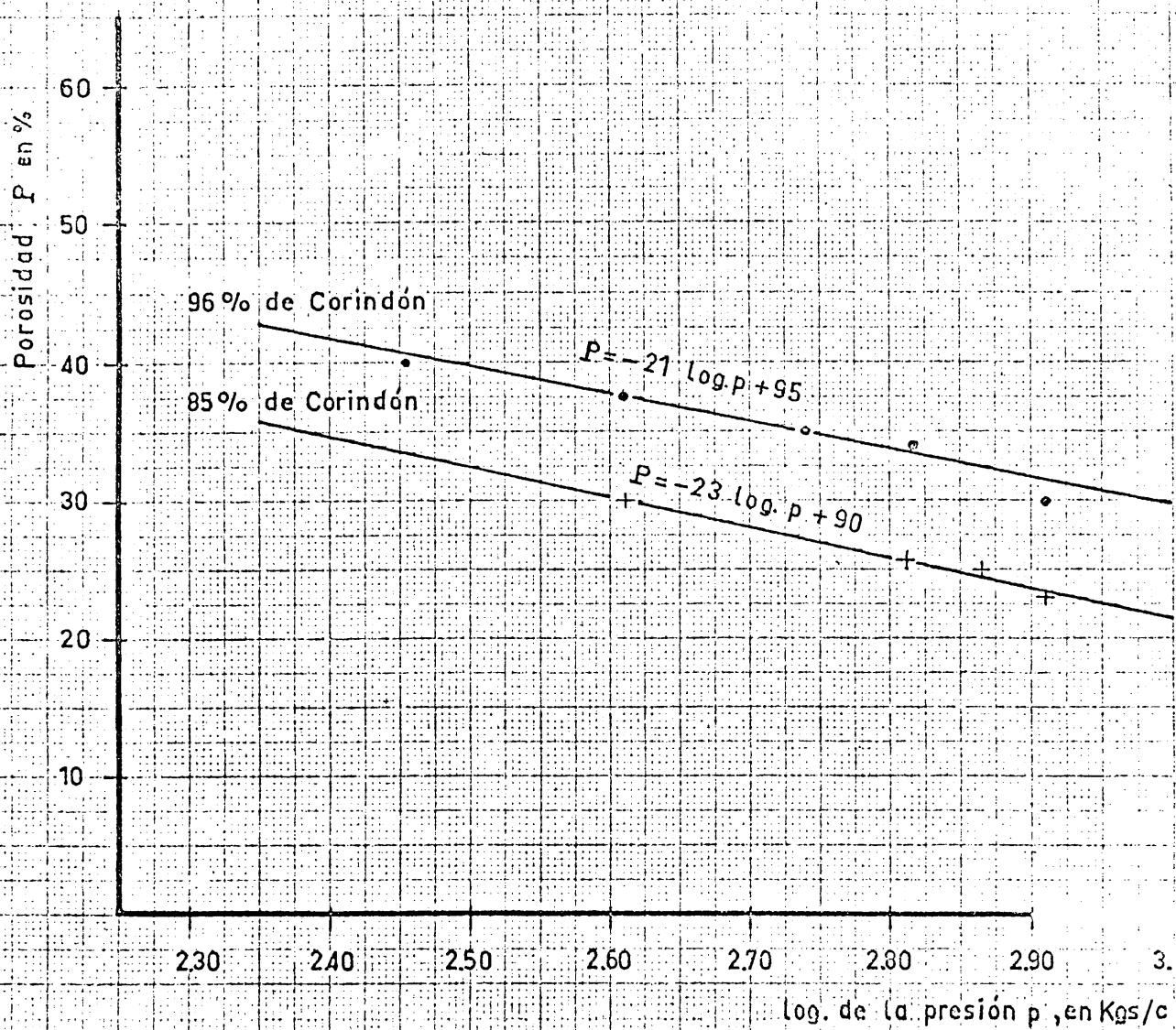


fig. 18

Variación de la porosidad con la presión de moldeo, para diferentes dosificaciones.

Variación de la porosidad con el tiempo de moldeo.

El objeto de esta experiencia fué considerar las posibles perturbaciones que pueden producir el tiempo de moldeo.

En este ensayo se mantuvieron constantes todas las condiciones normales del proceso de fabricación excepto el tiempo de moldeo. Se puede considerar como tiempo de moldeo el tiempo total, puesto que la presión máxima se alcanzó casi inmediatamente con la velocidad de moldeo de 10 kg/seg., utilizada.

Condiciones fijas de la experiencia: Idénticas a los ensayos precedentes.

Condiciones particulares:

Composición estudiada: 96 % de corindón.

Presión máxima de moldeo: 250 kg/cm<sup>2</sup>.

Tiempo de moldeo segundos.	Porosidad media %
5	42,15
30	43,40
90	40,80
60	43,70
120	42,40

TABLA NUM. 9 .- Resultados experimentales: Variación de la porosidad con el tiempo de moldeo.

Como conclusión de este ensayo se deduce que no parece exista riesgo alguno de perturbaciones originadas por el tiempo de moldeo en los períodos considerados.

La porosidad como método de análisis de la estructura:

Estudio de la presión máxima admisible sin que el grano sufra aplastamiento.

Mediante unas medidas de la porosidad, se pueden determinar anomalías en la estructura obtenida, por ejemplo, al sobrepasar los valores máximos admisibles en la presión de moldeo. En efecto, eligiendo una presión máxima de moldeo de 1.710 kg/cm<sup>2</sup>., se ve como las medidas de porosidad sobre un grupo de diez probetas obtenidas aplicando esta anomalía, analizando los resultados obtenidos mediante un mecanismo estadístico.

Las condiciones del proceso de fabricación han sido las normales, excepto:

Composición empleada: 85 % de corindón.

Presión de moldeo: 1.710 kg/cm<sup>2</sup>.

La medida de la porosidad se efectuó, en este caso, mediante absorción prolongada de agua por el método de ebullición.

Probeta núm.	Porosidad media %
1	24,5
2	24,3
3	24,8
4	24,8
5	25,0
6	24,9
7	23,4
8	22,7
9	22,9
10	23,1
	24,0

La tabla anterior nos fija un valor medio de la porosidad de 24,0 %. Las variaciones son: efectuando una observación tecnológica, regularmente correctas. Sin embargo, si distribuimos estos valores en intervalos de 0,50 y consideramos la frecuencia de acuerdo con el siguiente cuadro:

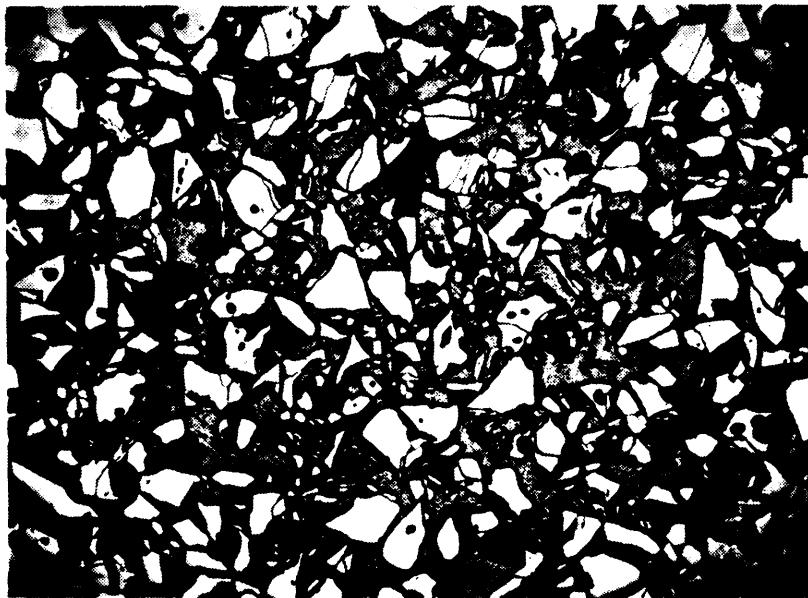
Intervalo considerado	Frecuen- cia
22,60-23,10	2
23,10-23,60	2
23,60-24,10	0
24,10-24,60	2
24,60-25,10	4

Haciendo una representación del polígono de frecuencia correspondiente, observamos como éste se ofrece bimodal y fuertemente inclinado hacia la derecha. Esto nos indica que existe alguna variable en el proceso que no hemos tenido en cuenta. Esta variable es, como se demuestra en las fotografías obtenidas de preparaciones metalográficas efectuadas con estas probetas, la fragmentación de los granos, lo cual repercutió de forma aleatoria, sobre el normal empaquetamiento de éstos, al aumentar la proporción de finos.



FOTOGRAFIA NUM. 16 -

Preparaciones metalográficas de probetas de corindón con 15 % de vidrio de borosilicato. Presión de moldeo: 500 kg/cm<sup>2</sup>.



FOTOGRAFIA NUM. 17

Preparaciones metalográficas de probetas de corindón con 15 % de vidrio de borosilicato. Presión de moldeo: 1.710 kg/cm<sup>2</sup>.



II.d - Textura

Técnica de estudio:

Ensayos de caracterización de  
la textura.

II.d.1. Conductividad térmica.



## D. Ensayos de caracterización de la estructura.

### D.1. Medidas de conductividad térmica.

La medida de la conductividad térmica proporciona un método indirecto para conocer la estructura del corindón aglomerado.

La primera parte de este trabajo experimental sobre conductividad térmica, está dedicado a efectuar unos cálculos estimativos o previsiones sobre los valores que se deberán obtener en las medidas experimentales. A continuación se efectúan una serie de medidas sobre la variación de la conductividad térmica con la dosificación, la porosidad y la temperatura.

#### Cálculos estimativos.-

En la revisión bibliográfica se ha encontrado con una gran disparidad en los valores experimentales obtenidos por diferentes investigadores a estudiar la conductividad térmica del corindón ( $\alpha$ -alúmina).

Se han escogido los valores obtenidos por H.Salmang(1), en su tabla de "Propiedades de los materiales refractarios" para las temperaturas de 20, 500 y 1.000 °C. Aplicando estos valores del coeficiente de conductividad térmica,  $k$ , en kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m., y de la temperatura,  $T$ , en grados Kelvin,

---

(1) "Die Physikalischen und Chemischen Grundlagen der Keramik". 1954. H.Salmang.

a la ecuación  $K = a/T + b$ , se han calculado los valores de las constantes a y b. El valor de a es experimental. El valor de b, es un factor correctivo que introduce en la fórmula el mecanismo de transmisión de calor por radiación.

A temperaturas inferiores a los 500 °C, es despreciable, no siendo así a temperaturas más elevadas en las que puede alcanzar un valor superior al término  $a/T$ . En nuestro caso, se puede prescindir del valor de  $b$  (temperaturas inferiores a los 500 °C). Por consiguiente, resolviendo la ecuación propuesta, para los tres valores experimentales dados por H.Salmang, se obtuvo la ecuación:

$$k = \frac{5.050}{T} - 0,43$$

válida hasta los 500 °C. En donde se puede comprobar como el término,  $b$ , igual a  $-0,43$ , es prácticamente despreciable en este intervalo de temperaturas. Con la ecuación anterior se calcularon las variaciones de la conductividad térmica,  $k$ , del corindón con la temperatura para las temperaturas que se indican en la tabla núm. 10 de la página 150.

También se ha calculado la variación de la conductividad térmica del vidrio aglomerante, con la temperatura, cuyos valores se indican en la mencionada tabla anterior. El método de cálculo ha sido la aplicación de la ecuación experimental de Stephens, quien midió la variación de la conductividad térmica,  $k$ , en el intervalo  $-181$  °C hasta  $+250$ °C, obteniéndose para el vidrio borosilicato la expresión:

$$k = -9,79 + 6,82 \log T$$

Con esta fórmula empírica se calcularon los valores de la tabla núm. 10.

No se estimó conveniente efectuar unos cálculos basados en la fórmula de Winkelmann, en la cual se calcula la conductividad térmica de un vidrio, de forma general, en función de la composición y de unos factores constantes, por tener importantes reservas con respecto a la simplificación de considerar la conductividad térmica con carácter aditivo; por otra parte, los factores propuestos por Paalhorn para la ecuación general de Winkelmann, corresponden a vidrios de naturaleza muy diferente a nuestro aglomerante de borosilicato.

Una vez que se dispone, mediante cálculo, de unos valores que expresan la variación de las conductividades térmicas parciales de los componentes individuales, corindón y vidrio, en función de la temperatura, se pasa a considerar el cálculo del producto aglomerado.

Conductividad térmica kcal/hr.m <sup>2</sup> .°C/m.	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Corindón	13,10	11,50	10,24	9,22	8,38	7,67	7,07	6,55	6,10
Vidrio aglomerado de boro-silicato.	7,74	8,14	8,48	8,76	9,03	9,23	9,51	9,71	9,91

TABLA NUM. 10 .- Resumen de las estimaciones efectuadas en las páginas anteriores sobre la variación de la conductividad térmica del corindón y del vidrio, con la temperatura.

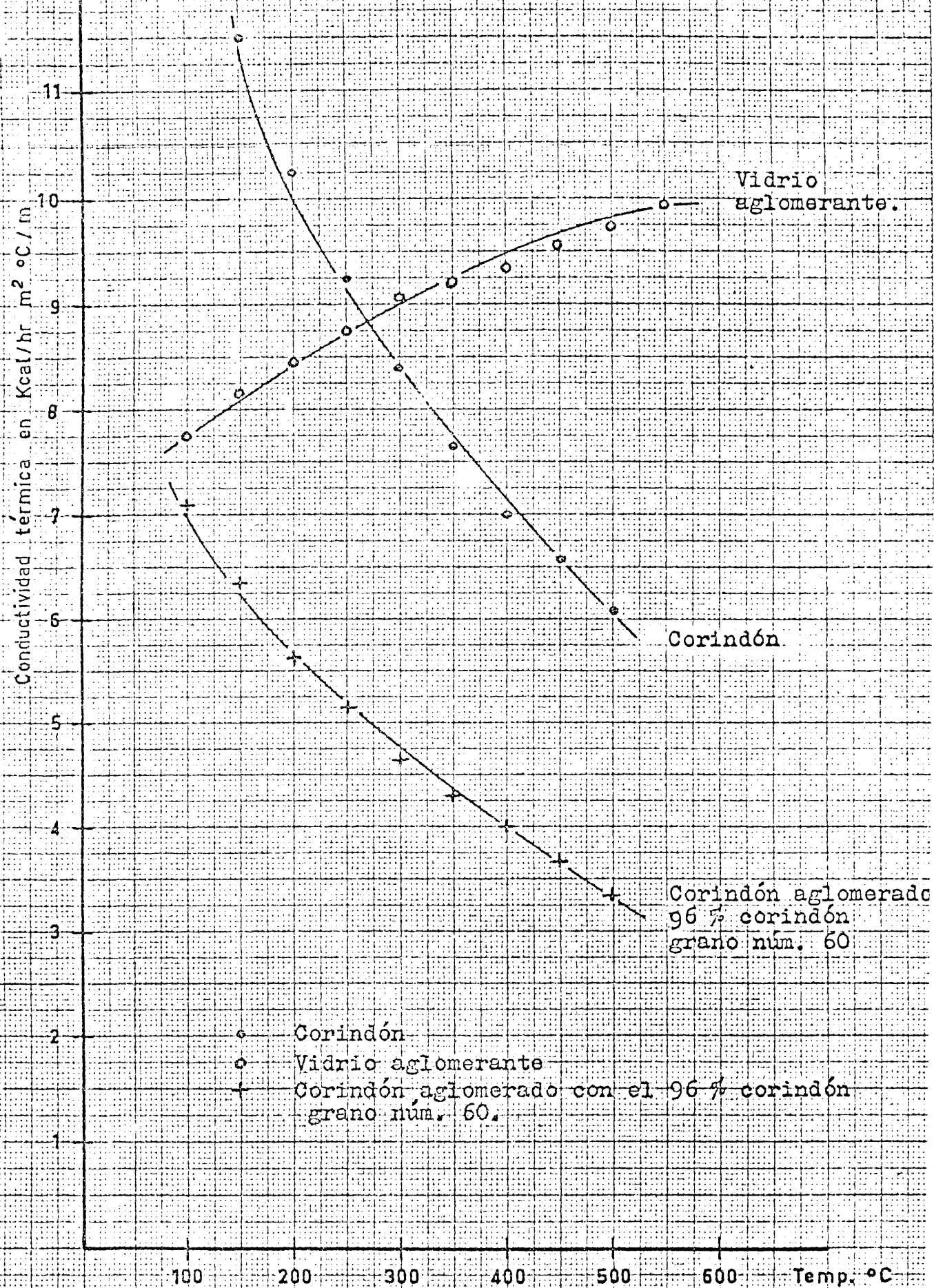


fig. 19

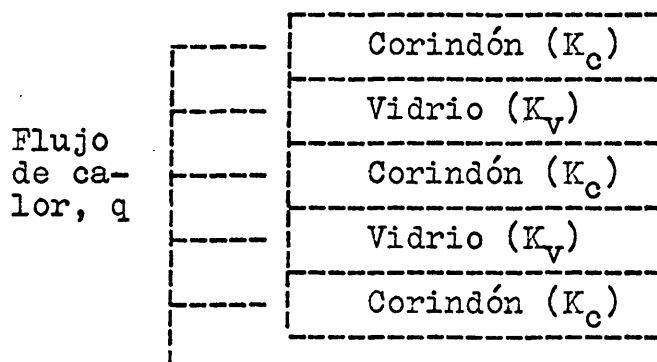
Variación de la conductividad térmica con la temperatura:  
 Comparación entre una dosificación del corindón aglomerado  
 antes.

## Estimación teórica de la conductividad térmica del corindón.

### Consideraciones básicas.-

Con una visión simplista, consideraremos un sistema bifásico en el que existe una orientación regular de los granos y una estructura compuesta por capas paralelas. La conductividad de este sistema dependerá de las conductividades de los componentes,  $K$ , de la proporción de los mismos,  $V$ , y de la dirección del flujo calorífico. Se consideran dos casos según que éste sea paralelo o perpendicular a las capas apiladas. Ambos casos pueden asimilarse a un circuito eléctrico constituido por resistencias conectadas en paralelo o en serie, pudiéndose aplicar por lo tanto las fórmulas correspondientes, fundamentadas en la ley de Ohm.

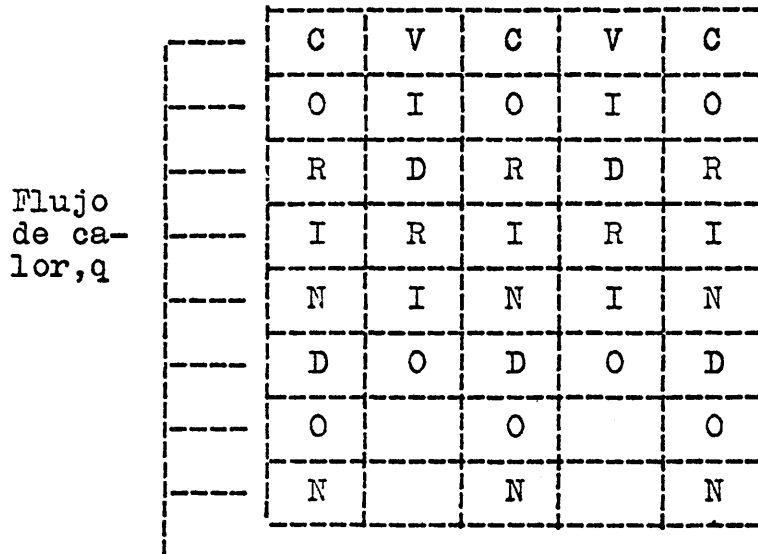
Consideremos, como antes hemos dicho, una mezcla binaria en las proporciones de  $V_c$  y  $V_v$ , formando láminas paralelas al flujo de calor, como se ilustra en el esquema siguiente:



El coeficiente de conductividad,  $K_s$ , valdrá:

$$K_s = K_c V_c + K_v V_v \quad [5]$$

Sin embargo, si el flujo fuera perpendicular a las láminas, tal como se ilustra en el esquema siguiente:



En este caso extremo, el coeficiente de conductividad técnica valdrá:

$$\frac{1}{K_S} = \frac{V_C}{K_C} + \frac{V_V}{K_V}, \text{ y despejando } K_S$$

$$K_S = \frac{K_C K_V}{V_C K_V + V_V K_C} \quad [6]$$

Ambas ecuaciones, la [5] y la [6] proporcionarán valores de  $K_S$  para cada par de valores de  $K_C$  y  $K_V$  correspondientes a cada temperatura, con lo que se pueden calcular dos  $K_S = f(T)$ .

## Corrección debida a la porosidad.

En las consideraciones y cálculos anteriores se ha estimado una porosidad cero, por lo tanto, es necesario corregirlos, puesto que la porosidad alcanza un importante valor en estos materiales.

Según se ha estimado y calculado en otro lugar (1), las porosidades de estas probetas son:

Dosificación de corindón, %	Porosidad, %
96,00	44
91,00	42
89,50	39
85,00	36

La corrección de la conductividad térmica se efectuará mediante la aplicación práctica de la ecuación:

$$k_p = k_s(1-P)$$

siendo  $k_s$  la conductividad del sólido para un valor de la porosidad, P, cero. Esta expresión es lícita para temperaturas inferiores á 500 °C.

---

(1) Proceso de fabricación del corindón aglomerado.

Como puede verse no parece difícil el llegar a efectuar, basándose en los razonamientos expuestos, una predicción del coeficiente de conductividad térmica, k.

Se han calculado diferentes valores de la conductividad térmica del corindón aglomerado, en el intervalo de temperaturas desde 100 hasta los 500 °C.

#### Cálculos estimativos.

En la tabla núm. 10 se dieron unos valores de la conductividad térmica del corindón en función de la temperatura. Estos valores, fueron calculados tomando como base la expresión:

$$K = \frac{5.050}{T} - 0,43$$

que se dedujo y detalló en las páginas 147 á 149. Por otra parte, en la tabla núm. 11 se dan también unos valores correspondientes a la variación de la conductividad térmica del vidrio borosilicato con la temperatura. Estos valores fueron calculados partiendo de la ecuación experimental de Stephens, la cual se detalla en las páginas 147 á 149.

Las dos tablas mencionadas se incluyen en la tabla núm. 12, base de partida de los cálculos realizados, los cuales se han llevado a cabo aplicando las consideraciones básicas mencionadas en las páginas 147 á 149, sobre la variación, con la temperatura, de la conductividad térmica del corindón aglomerado.

En la tabla núm. 11 se dan los valores obtenidos al aplicar las dos expresiones límites, para el flujo de calor paralelo y perpendicular. En la tabla núm. 12 se calculan los valores medios y se corrige la porosidad por aplicación de la expresión  $k_p = k_s(1-P)$ .

En las siguientes páginas se representan estos cálculos gráficamente, efectuando a continuación un breve comentario sobre los mismos.

Dosificación del corindón, %		Flujo de calor	Po-rosi-dad %	Temperaturas medias, °C								
				100	150	200	250	300	350	400	450	500
96,00	en volumen	Paralelo	0	12,77	11,29	10,12	9,18	8,41	7,75	7,21	6,53	6,12
	93,50	Serie		12,59	11,10	10,12	9,19	8,42	7,75	7,19	6,68	6,32
91,00	en volumen	Paralelo	0	12,29	10,99	9,97	9,14	8,47	7,89	7,42	7,01	6,66
	85,42	Serie		11,88	10,84	9,94	9,15	8,48	7,87	7,35	6,89	6,47
89,50	en volumen	Paralelo	0	12,18	10,92	9,93	9,50	8,48	7,92	7,43	7,08	6,74
	83,20	Serie		11,73	10,75	9,90	9,14	8,49	7,90	7,39	6,94	6,53
85,00	en volumen	Paralelo	0	11,86	10,72	9,83	9,10	8,52	8,02	7,62	7,27	6,96
	76,70	Serie		11,31	10,89	9,78	9,11	8,53	7,98	7,52	7,09	6,69

k = kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m.

$$\text{Flujo de calor en serie} = k_g = \frac{k_c V_v}{k_c V_v + k_v V_c}$$

$$\text{Flujo de calor paralelo} = k_g = k_c V_c + k_v V_v$$

TABLA NUM. 11 .- Variación de la conductividad térmica del corindón aglomerado, ks, con la temperatura, para una porosidad cero. Estimativos.

Dosificación del corindón, %		Flujo de calor	Porosidad %	Temperaturas medias, %								
en peso	en volumen			100	150	200	250	300	350	400	450	500
96,00	93,50	Se han tomado los valores medios de las estimaciones calculadas en la tabla 11.	44	7,10	6,26	5,66	5,14	4,55	4,34	4,03	3,69	3,48
91,00	85,42		42	7,00	6,32	5,77	5,30	4,91	4,57	4,28	4,01	3,8
89,50	83,24		39	7,28	6,60	6,04	5,68	5,17	4,82	4,53	4,27	4,0
85,00	76,70		36	7,41	6,91	6,27	5,83	5,45	5,12	4,84	4,59	4,3

TABLA NUM. 12 .- Estimación, por cálculo, de la variación de la conductividad térmica del corindón aglomerado, kp, en kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m. con la temperatura. Corrección de la porosidad. kp = ks(1-P).

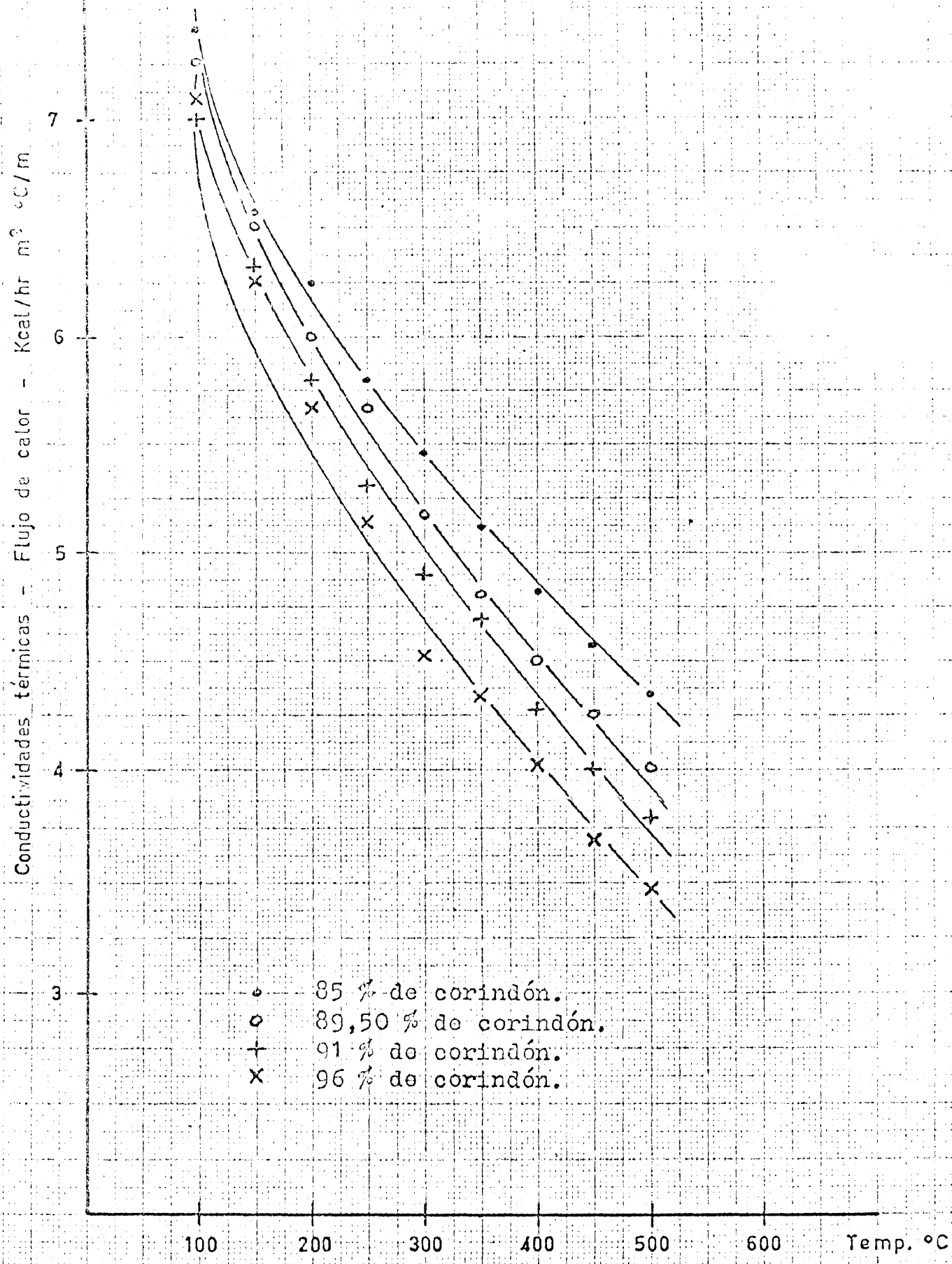


fig. 20

Variación de la conductividad térmica del corindón aglomerado con la temperatura para diferentes dosificaciones en peso de corindón. Se han tomado los valores medios de la Tabla núm. 12 . Corrección de la porosidad  $k = k_s(1-P)$

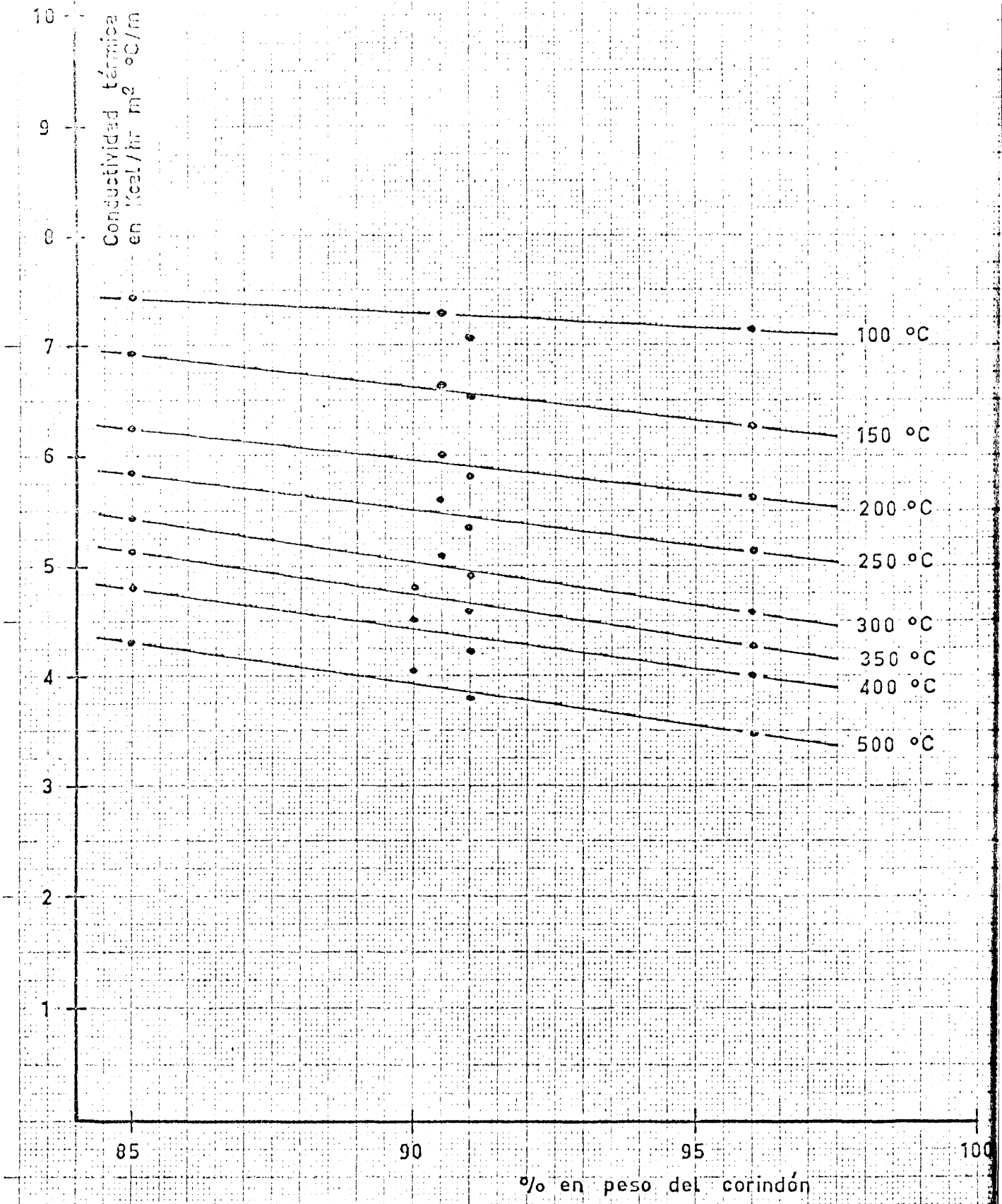


fig. 21

Variación de la conductividad térmica con la dosificación para diferentes temperaturas medias.

Comentario y conclusiones a los anteriores cálculos estimativos.-

La inspección de la figura núm. 20 nos dice que al aumentar la temperatura media aumentan las posibilidades de diferenciación entre los valores de las conductividades térmicas de las dosificaciones estudiadas. Sin embargo, aún en los 500 °C, el campo de medida aparece muy estrecho.

Por otra parte, en la figura núm. 21, se ve como la variación de la conductividad térmica con la dosificación, para diferentes temperaturas, presenta una serie de líneas, prácticamente rectas, en el intervalo de dosificaciones considerado, con un acentuado paralelismo a partir de los 250 °C.

A continuación, en el proceso experimental se procede a estudiar la variación real de la conductividad térmica con los factores considerados, comparando los resultados experimentales con los cálculos estimativos efectuados.

## Parte experimental.

En la Introducción se ha efectuado una revisión bibliográfica, del estado actual de los conocimientos sobre la conductividad térmica y los factores que la afectan, tales como composición, temperatura y porosidad. En las páginas anteriores se efectuaron también unos cálculos estimativos con vistas a determinar el orden de magnitud de los coeficientes de conductividad térmica,  $k$ , en kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m., para el corindón, vidrio aglomerante y, finalmente, para el corindón aglomerado.

Se ha insistido en la relatividad de estos números, debido a la disparidad de los datos básicos proporcionados, hasta el presente, por los diferentes investigadores. De ello se deduce la necesidad de renunciar a un simple desarrollo de estas medidas por cálculo teórico. Por el contrario, parece más razonable el contrastar estas estimaciones poniendo a punto una técnica para medir experimentalmente conductividades y efectuar un programa de ensayos, tomando como base las probetas confeccionadas según las normas descritas en el "Proceso de fabricación del corindón aglomerado", de la presente investigación.

Para la medida de conductividades, se desarrolló un aparato de flujo axial, partiendo de un primitivo diseño de Dr. Luis y Luis de la Junta de Energía Nuclear, el cual se detalla en el plano anexo. Como se desprende de la inspección del mismo, el calor producido en el manantial, por medio de

una resistencia eléctrica del tipo Pyrotenex arrollada en un núcleo de cobre, fluye axial y simultáneamente a través de dos probetas. Merced a los cilindros guardamotores se eliminan fugas de calor por falsos flujos radiales. Por medio de termopares se controla el flujo normal del calor y se miden los gradientes de temperatura en las dos caras paralelas y opuestas de las probetas. En cada ensayo, se colocan dos probetas de corindón aglomerado a ambos lados del elemento térmico central. Las probetas se corresponden con la geometría descrita a continuación:

Forma	Espesor x cm.	Diámetro ∅ cm.	Superficie de la base, S en cm <sup>2</sup> .
Cilindro	3,40	3,60	≈ 10

La medida de las temperaturas se efectúa mediante termopares de cromel-alumel, convenientemente alojados; en la figura 22 se dá el número y situación de los mismos, y se detalla el sistema constructivo empleado. La medida de los termopares es transmitida a un aparato potenciométrico.

Con el fin de eliminar los efectos de interfase se ha aplicado una pintura de plata coloidal sobre las superficies de contacto de las probetas. El contacto entre las distintas superficies planas se asegura mediante el par de apriete axial de los dos tornillos laterales.

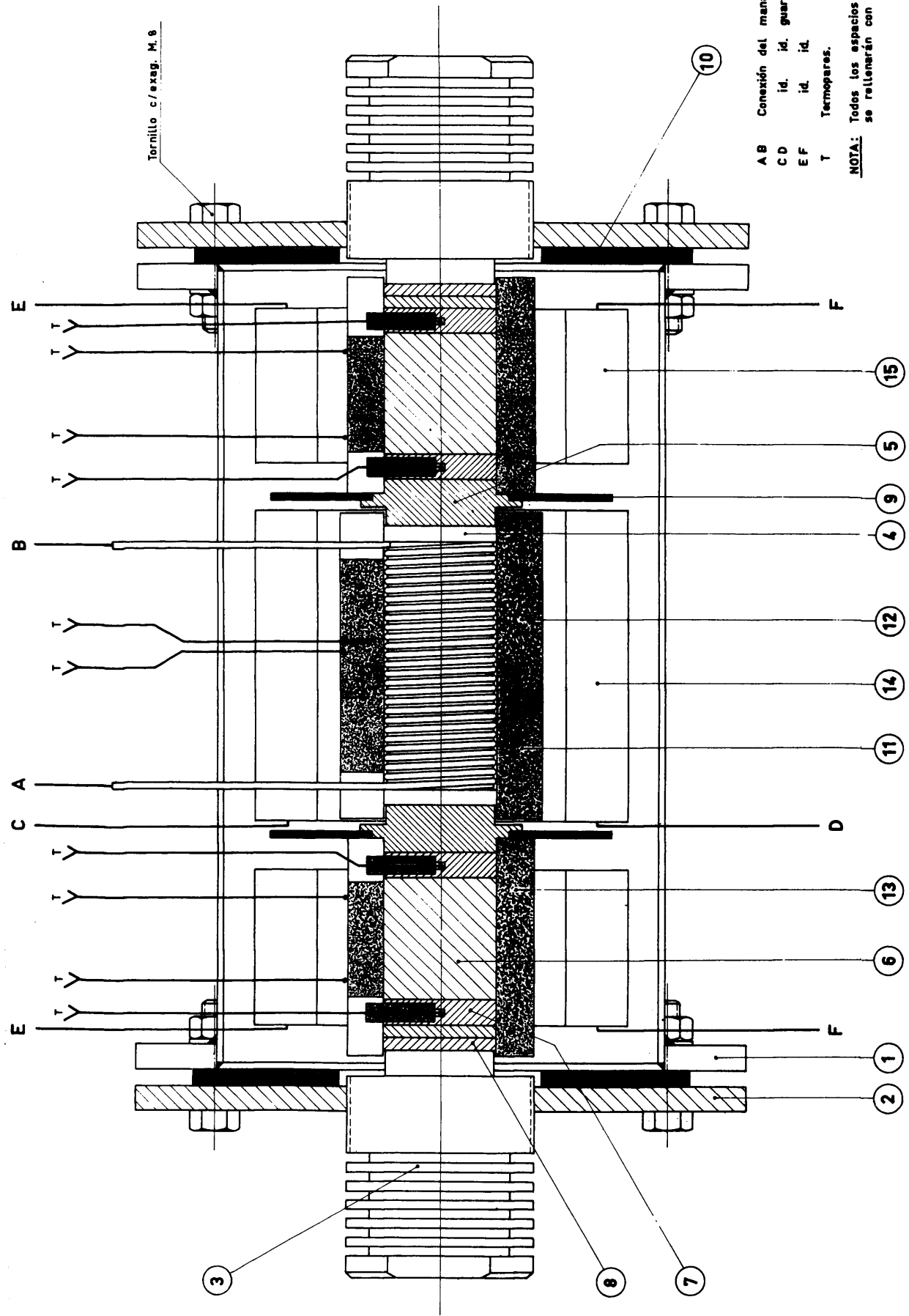
Como puede observarse en el plano anexo, se han instalado termopares en los elementos guardacalores del aparato con el fin de controlar y evitar falsos flujos radiales del calor generado en el manantial térmico. Este manantial consiste en un cilindro macizo de cobre roscado, en cuya rosca se ha alojado una resistencia Pyrotenex (hilo de cobre-alumel envainado en una funda de acero inoxidable). Tanto las probetas a ensayar como el manantial se encuentran separados de los tres guardacalores mediante tubos de tierra de diatomeas.

La resistencia eléctrica del manantial está conectada a un autotransformador. La corriente con que se alimenta éste proviene de un regulador de tensión. La medida de la potencia suministrada al manantial se efectúa con un watímetro de clase 0,5.

Los elementos guardacalores se encuentran conectados a un autotransformador independiente.

#### Cálculos térmicos.-

El manantial térmico del aparato proporciona una cantidad de calor,  $q$ , que se distribuye, axialmente (supuesto que no hay pérdidas radiales, debido a la acción de los guardacalores). Por consiguiente, estando equilibradas las masas del aparato, la cantidad de calor que fluye por cada probeta es  $q/2$ . Su valor, de acuerdo con la ecuación básica de con-



Tornillo c/exag. M. 8

- AB Conexión del manantial de calor.
  - CD id. id. guardacalor central.
  - EF id. id. id. lateral.
  - T Termopares.
- NOTA: Todos los espacios interiores vacíos, se rellenarán con "lana de vidrio."

FIGURA 22.- Medidor de Conductividades Térmicas: Conjunto.

ducción, será:

$$\frac{q}{2} = k \cdot s \frac{T}{x}$$

en la que:

k = conductividad térmica.

s = superficie.

T = gradiente de temperaturas.

x = espesor.

Despejando el valor de k,

$$k = q \frac{x}{2 s T} \quad [7]$$

Las dimensiones de k, son:

$$k = \frac{\text{kcal}}{\text{hr.m}^2.\text{°C/m.}}$$

teniendo en cuenta la equivalente:

$$\left( \frac{\text{kcal}}{\text{hr.m}^2.\text{°C/m}} \right) = \frac{1}{0,01164} \left( \frac{\text{Wattios}}{\text{cm}^2.\text{°C/m}} \right)$$

y sustituyendo en [7], podemos llegar a la ecuación:

$$k = \frac{1}{0,0116} \frac{w}{2} \frac{x}{s.T}$$

en donde

$$k = 43,15 w \frac{x}{s.T}$$

Es conveniente esta transformación de unidades para los cálculos prácticos siguientes.

Teniendo en cuenta los valores de  $x$  y  $s$  dados en la tabla de descripción de la probeta, se tiene que:

$$k = 43,15 w \frac{3,4}{10 T}$$

$$k = 15,27 \frac{w}{T} = \frac{C}{T}$$

en la que

$$C = w \cdot 15,27$$

$w$  = potencia real en watios, suministrada al manantial.

$T$  = gradiente de temperaturas entre las dos bases de la probeta que se mide.

$k$  = coeficiente de conductividad, en kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m, a la temperatura media a que se mide.

---

Potencia en wattios	C
60	916
70	1071
80	1222
90	1374
100	1527
110	1680
115	1756
120	1832
130	1985

---

## Tarado del aparato empleado para la medida de conductividad térmica.

Habiendo sido diseñado y construido por nosotros el aparato para la medida de la conductividad térmica, ha sido preciso previamente efectuar un tarado del mismo, para lo cual se confeccionaron dos probetas patrón de plomo metalúrgicamente puro, cuya conductividad es perfectamente conocida y, efectuando las medidas correspondientes se estimó como error del aparato un 5-8 %.

Asimismo, tomando las probetas núms. 1 y 2 de la composición del 96 % de corindón, se han efectuado unos ensayos de conductividad en régimen no estacionario, con el fin de obtener las curvas de calefacción. Se repitieron estos ensayos en régimen estacionario con el propósito de obtener la variación de las temperaturas con la potencia aplicada, comprobar el equilibrio de masas del aparato y fijar el orden y magnitud de la potencia eléctrica suministrada a los elementos guardacalores para cada potencia aplicada al manantial.

Descripción de las probetas para ensayos de conductividad.

Se han confeccionado cuarenta probetas de corindón aglomerado de acuerdo con las siguientes dosificaciones, en peso.

Composición	
Corindón, %	Vidrio aglomerante, %
96,00	4,00
91,00	9,00
89,50	10,50
85,00	15,00

La densidad de las materias primas utilizadas es:

Corindón ..... 3,87  
Vidrio borosilicato ..... 2,25

La presión de moldeo empleada ha sido de 250 kg/cm<sup>2</sup>.

La temperatura de sinterización, como siempre fué de 1.250 °C y la velocidad de calefacción, la que normalmente se ha utilizado a lo largo de la presente investigación (1), es decir, aproximadamente de 200 °C por hora.

---

(1) Proceso de fabricación del corindón aglomerado.

Las probetas obtenidas han sido mecanizadas en el torno (cilindradas y refrentadas) con el fin de conseguir una uniformidad y eliminar las capas exteriores.

En investigaciones anteriores (1) se dedujo una expresión que relaciona la presión de moldeo con la porosidad final. Para la dosificación de 96 % de corindón, esta expresión es:

$$P = 107,4 - 26,6 \log p$$

aplicándolo a nuestro caso, tenemos para 250 kg/cm<sup>2</sup>.:

$$250 = 107,4 - 26,6 \log p$$

Despejando la porosidad, p, obtenemos un valor del 44 %, el cual se aproxima notablemente al valor medio de las diez probetas confeccionadas con la dosificación de 96 %, cuyo valor es de 43,82 %.

A continuación se definen geoméricamente, se pesan y se calculan las porosidades de las probetas fabricadas.

Observando los cuadros de descripción de las probetas nos encontramos con una diferenciación bastante aceptable entre las porosidades medias respectivas de cada dosificación.

---

(1) Proceso de fabricación del corindón aglomerado.

Pro-beta	Peso gramos	Altura cm.	Diámetro cm.	Porosidad % (1)
96 % de corindón				
1	68,57	3,44	3,51	45,09
2	66,34	3,42	3,53	47,16
3	67,91	3,42	3,51	45,70
4	69,09	3,41	3,52	44,70
5	69,43	3,41	3,53	44,68
6	69,25	3,41	3,53	44,68
7	69,48	3,40	3,51	43,89
8	69,37	3,41	3,52	44,70
9	68,61	3,40	3,51	44,41
10	69,09	3,40	3,51	44,01
V.M.	68,71			
91 % de corindón				
1	67,40	3,20	3,55	41,99
2	67,57	3,22	3,54	41,94
3	67,28	3,24	3,52	41,70
4	66,58	3,20	3,53	42,07
5	67,07	3,22	3,54	42,35
6	67,53	3,21	3,54	41,79
7	67,36	3,23	3,55	42,59
8	67,46	3,21	3,53	41,47
9	67,45	3,21	3,53	41,53
10	67,58	3,20	3,53	41,22
V.M.	67,33			

(1) Error  $\pm$  0,05 %

Pro-beta	Peso gramos	Altura cm.	Diámetro cm.	Porosidad % (1)
89,50 % de corindón				
1	67,96	3,21	3,54	40,78
2	67,72	3,21	3,52	40,55
3	67,64	3,20	3,51	39,63
4	67,30	3,22	3,52	40,04
5	67,99	3,20	3,55	40,61
6	67,63	3,22	3,52	39,80
7	67,92	3,19	3,55	40,52
8	67,67	3,21	3,51	39,77
9	67,93	3,19	3,53	40,04
10	67,88	3,18	3,52	39,40
V.M.	67,76			
85 % de corindón				
1	73,00	3,20	3,55	35,64
2	73,20	3,22	3,52	34,74
3	72,98	3,21	3,54	35,75
4	73,15	3,19	3,55	35,51
5	73,20	3,21	3,54	35,53
6	73,30	3,21	3,54	35,18
7	73,15	3,20	3,53	34,99
8	73,30	3,21	3,53	35,07
9	73,20	3,20	3,53	34,93
10	73,40	3,22	3,54	35,57
V.M.	73,18			

(1) Error  $\pm 0,05 \%$

## Medidas de conductividad térmica.

Las probetas descritas en las páginas anteriores, han sido sometidas a una serie de medidas con el fin de observar la variación de la conductividad térmica con la dosificación, con la temperatura y con la porosidad. Estas experiencias se detallan y resumen en las páginas siguientes.

Con el fin de medir la variación de la conductividad térmica con la porosidad se han confeccionado, con la dosificación correspondiente al 96 % de corindón, una serie de cuarenta probetas, en las que se han conseguido cuatro grupos de diez probetas cada uno con una porosidad del 44, 40, 38 y 35 % (variando convenientemente las presiones de moldeo).

En las páginas 174 á 181 se detallan, resumen y representan gráficamente los resultados obtenidos.

## Variación de la conductividad térmica con la dosificación.

Se han confeccionado y comparado técnicamente entre sí, tres series de diez probetas con las cuatro composiciones detalladas antes. Las condiciones del proceso de fabricación han sido normales (1). La conductividad térmica se ha estimado en una temperatura media de trabajo de 178, 171, 167 y 159 °C, para las cuatro dosificaciones, respectivamente. En las páginas 177, 178 y 179, tablas 13 y 14, se dan los resultados obtenidos y en la figura núm, 24 se representan gráficamente.

De la inspección del cuadro de la página 180 se desprenden las siguientes reflexiones.

La medida de la conductividad térmica correspondiente a una temperatura media de 175 °C, revela la posibilidad de diferenciar las dosificaciones de corindón, mediante medidas de esta naturaleza.

Los valores medios obtenidos son ligeramente inferiores a los previstos por los cálculos que se resumen en la página 179.

Se observan, sin embargo, más posibilidades de diferenciación que las que según los cálculos teóricos previamente efectuados podía preverse.

---

(1) La descripción del proceso de manufactura de las probetas se encuentra detallada en el Capítulo II. "Fabricación de las probetas".

Los resultados obtenidos hay que entenderlos con las limitaciones características de estos ensayos. Sin embargo, se estima de valor el empleo de esta técnica de diferenciación, siempre que se utilice un mismo aparato de medida, previamente tarado.

Pro- be- ta	$t_1$ °C	$t_2$ °C	$t_m$ °C	$t$ °C	$k$ kcal/hr. m <sup>2</sup> .°C/m.
96 % de corindón					
1	296	63	180	233	4,60
2	297	63	180	234	4,58
3	292	62	177	230	4,66
4	299	62	181	237	4,52
5	288	72	180	216	4,96
6	286	67	177	219	4,89
7	278	65	172	213	5,03
8	279	59	169	220	4,87
9	291	64	178	227	4,72
10	289	63	176	226	4,74
V.M.			178		4,77
91 % de corindón					
1	254	58	156	196	5,46
2	252	58	155	194	5,52
3	268	63	166	205	5,22
4	263	67	165	196	5,46
5	273	67	170	206	5,20
6	266	68	167	198	5,41
7	295	65	180	230	4,66
8	290	74	182	216	4,96
9	286	74	180	212	5,05
10	278	74	176	204	5,25
V.M.			171		5,22

Potencia del manantial = 70 W       $k = 1071/ t$

TABLA NUM. 13 .- Detalle de las medidas: Variación de la conductividad térmica con la dosificación.

Pro- be- ta	t °C	t °C	t °C	t °C	k kcal/hr. m <sup>2</sup> .°C/m.
89,50 % de corindón					
1	282	86	184	196	5,46
2	290	85	186	205	5,22
3	284	79	182	205	5,22
4	303	79	191	224	4,78
5	247	50	149	197	5,43
6	244	41	143	203	5,27
7	269	68	169	201	5,33
8	266	64	165	202	5,30
9	266	64	165	202	5,30
10	253	62	158	191	5,61
V.M.			167		5,29
85 % de corindón					
1	224	62	162	176	6,10
2	226	58	168	174	6,15
3	219	64	155	175	6,12
4	242	70	172	176	6,11
5	220	72	148	175	6,11
6	215	65	150	177	6,05
7	217	62	155	174	6,15
8	234	71	163	175	6,12
9	227	70	157	175	6,11
10	220	64	156	174	6,15
V.M.			159		6,12

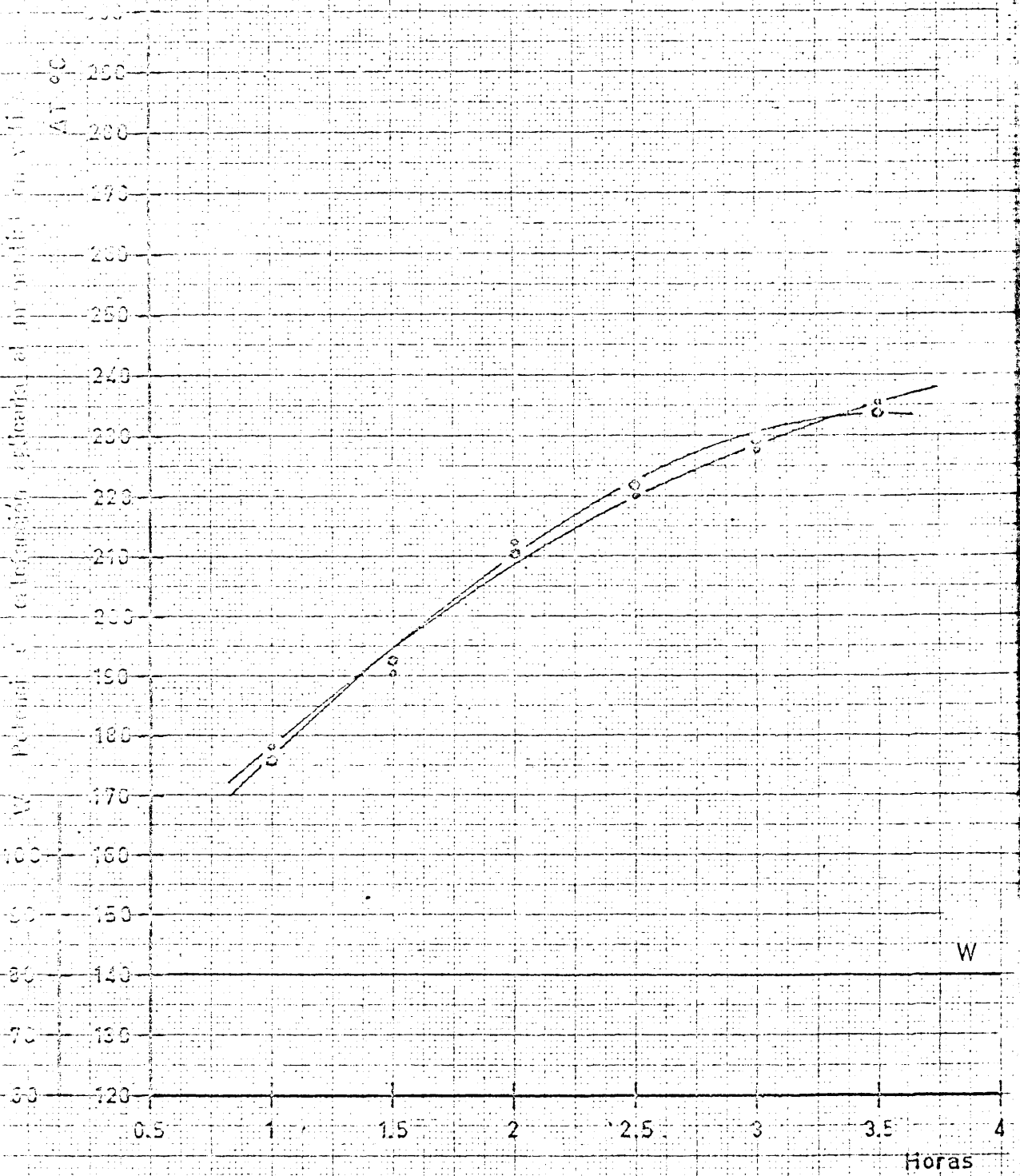
Potencia del manantial = 70 W      k = 1071/ t

TABLA NUM. 13 (continuación) .-

Detalle de las medidas: Variación de la conductividad con la dosificación.

Dosificación correspondiente, % corindón.	Porosidad real media, %.	Temperatura media %	Conductividad térmica real kcal/hr.m <sup>2</sup> .°C/m.
96,00	44	178	4,77
91,00	42	171	5,22
89,50	39	167	5,29
85,00	35	159	6,12

TABLA NUM. 14 .- Medidas: Variación de la conductividad térmica con la dosificación. Resumen de las experiencias.



○ Gradiente de temp. en la probeta del lado izq  
 ◻ Gradiente de temp. en la probeta del lado de.

fig.23

Curva de calefacción utilizada en los ensayos de conductividad térmica.

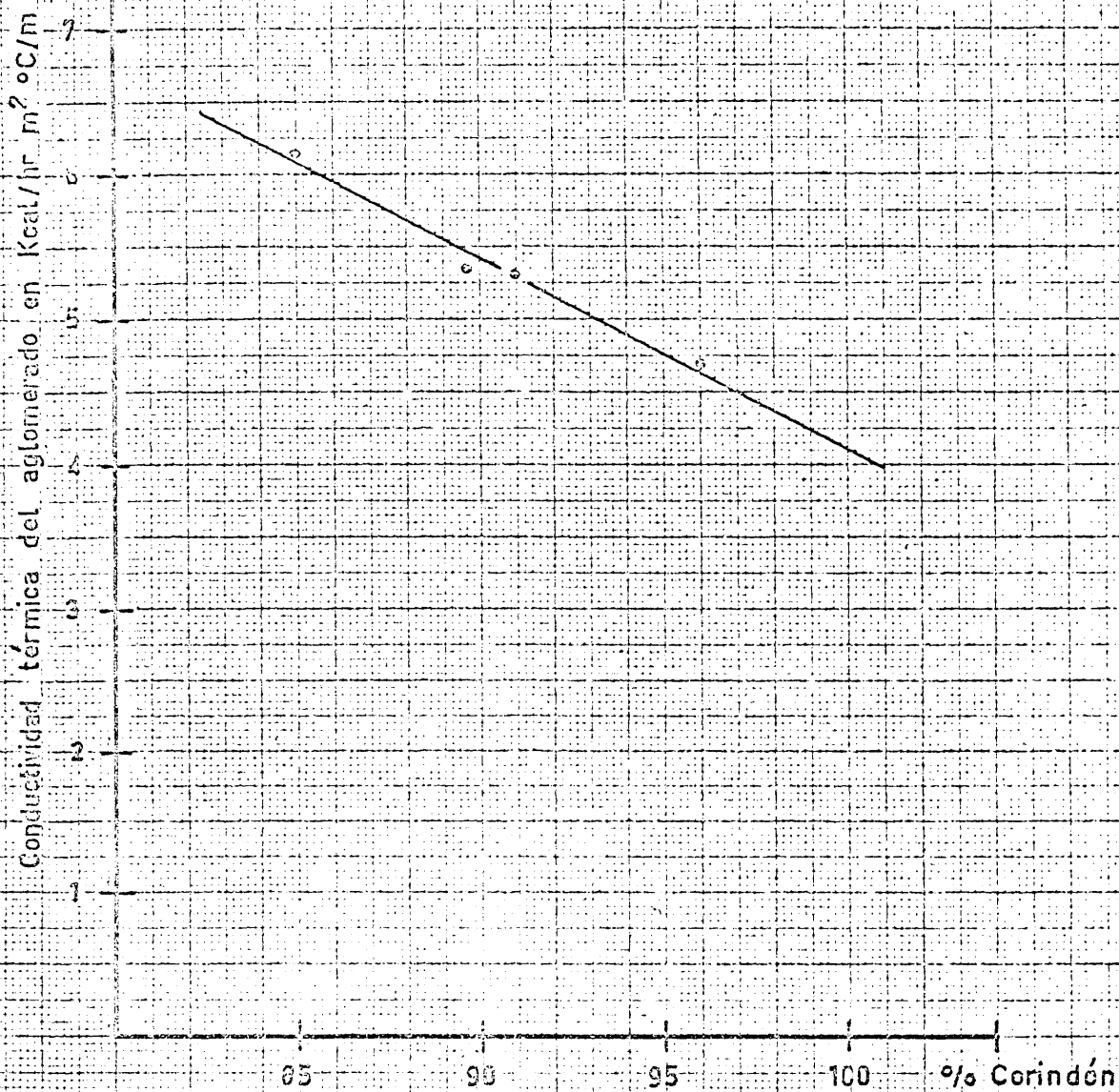


fig. 24

Resultados experimentales:

Variación de la conductividad térmica con la dosificación.

## Variación de la conductividad térmica con la temperatura.

Se han seleccionado entre las tres series de probetas del ensayo anterior, tres pares de probetas representativas correspondientes a las dosificaciones del 96 y 91 % de corindón. Se ha investigado, en cada par de probetas, la variación de la conductividad térmica con la temperatura, en el intervalo de 102 á 363 °C, y 100 á 317 °C, respectivamente.

En las tablas 15, 16 y 17 se dan los resultados obtenidos, y en la figura núm. 25 se representan gráficamente.

En ella observamos que la curva correspondiente a la dosificación del 91 % de corindón presenta una fuerte pendiente en el intervalo de 100 á 250 °C. Asimismo las curvas de las dosificaciones del 96 y 91 %, presentan una aproximación muy acentuada entre los 225 y 250 °C.

Los resultados experimentales nos conducen a una relación del tipo  $k = A/T$  entre la conductividad térmica y la temperatura absoluta.

Pro- be- ta num.	Potencia del ma- natial, watts.	Temperatura, °C					C (1)	Conductividad térmica	
		t <sub>1</sub>	t <sub>2</sub>	Temp. media t <sub>m</sub>	t	Temp. media de las dos probetas		k (2) real	k media
9	40	168	41	105	127	102	611	4,81	4,97
10		159	40	100	119				
9	50	208	46	127	162	124	763	4,74	4,95
10		195	48	121	147				
9	60	253	60	156	193	157	916	4,75	4,80
10		253	65	159	188				
9	70	291	64	178	227	177	1.069	4,709	4,72
10		289	63	176	226				
9	80	351	78	215	273	214,5	1.222	4,476	4,52
10		348	80	214	268				
9	90	407	85	246	322	316	1.374	4,29	4,35
10		397	86	241	311				
9	100	450	88	269	362	363	1.527	4,22	4,21
10		450	86	268	364				

(1) C, constante de proporcionalidad entre k y t. (2) k = C/ t

TABLA NUM. 15.- Variación de la conductividad con la temperatura, dosifi-  
cación correspondiente al 96 % de corindón.

Potencia del m- natial, watts.	Temperaturas, °C					C	Conductividad térmica	
	t <sub>1</sub>	t <sub>2</sub>	t	t media	k real		k media	
40	153	47	107	100	611	5,72	5,60	
	161	51	110	106				
50	196	54	142	125	763	5,38	5,48	
	189	51	138	120				
60	235	65	170	150	916	5,40	5,34	
	244	67	174	155				
70	286	74	212	180	1.069	5,05	5,15	
	278	74	204	176				
80	361	98	263	230	1.222	4,65	4,53	
	371	94	277	233				
90	404	113	291	258	1.374	4,71	4,50	
	415	106	309	260				
100	450	132	318	291	1.527	4,80	4,50	
	499	135	364	317				

$$k = C / t$$

TABLA NUN. 16 .- Variación de la conductividad con la temperatura, dosificación correspondiente al 91 % de corindón.

Designación correspondiente, % corindón	Porosidad real media, %.	Temperatura media %	Conductividad térmica real kcal/hr.m <sup>2</sup> .°C/m.
96	44	102 124 157 177 215 316 363	4,87 4,95 4,80 4,72 4,52 4,35 4,21
91	42	103 123 152 178 231 259 300	5,60 5,48 5,34 5,15 4,53 4,50 4,50

TABLA NUM. 17.- Variación de la conductividad térmica con la temperatura. Resumen de las experiencias.

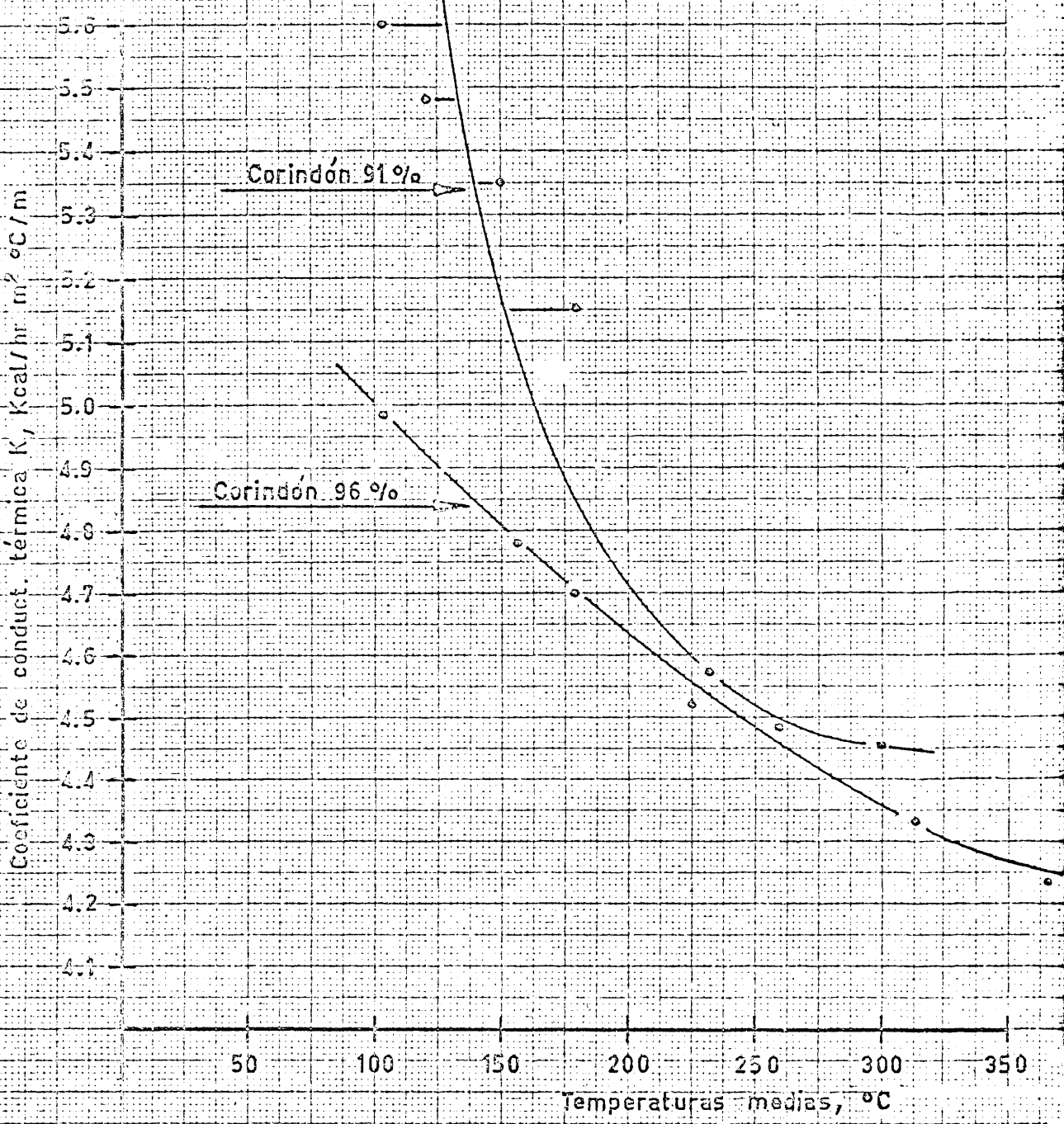


fig. 25

Variación de la conductividad  
térmica con la temperatura.

## Variación de la conductividad térmica con la porosidad.

Se han confeccionado con la dosificación del 96 % de corindón, cuatro series de diez probetas. Cada serie se ha fabricado manteniendo constantes todas las variables de fabricación excepto la presión de moldeo. Las probetas una vez sinterizadas han sido cilindradas y refrentadas en el torno con una herramienta de diamante.

Se ha identificado cada probeta con ensayos de porosidad. A continuación se han efectuado medidas de conductividad térmica a la temperatura media de 178 °C.

En las tablas siguientes se reflejan los valores obtenidos de porosidad y conductividad térmica. Finalmente, en la página 191 se expresan gráficamente los resultados obtenidos.

Los valores medios obtenidos de las medidas de conductividad, para cada porosidad, y desviación estandar observada, nos demuestran que el aparato tiene sensibilidad para diferenciar entre las cuatro porosidades estudiadas. La representación gráfica de la página 191, nos hace pensar en que la porosidad y la conductividad térmica, para una temperatura determinada, se corresponden con una función lineal. De todas maneras, esto es solo para temperaturas hasta los 500 °C; a temperaturas superiores es de prever una desviación de otro tipo para comenzar a manifestarse la transmisión de calor por radiación.

96 % de corindón

Presion de moldeo kg/cm <sup>2</sup> .	Porosidad %	Conductividad térmica, k kcal/hr.m <sup>2</sup> .°C/m. t = 178 °C
250	44,20	4,60
	43,70	4,55
	43,60	4,55
	44,10	4,60
	44,05	4,80
	44,15	4,65
	43,80	4,55
	43,70	4,65
	43,90	4,60
	43,95	4,70
	Valor medio	44,00
287	39,80	4,90
	39,50	4,95
	39,85	4,85
	40,10	4,95
	40,05	4,70
	39,89	5,05
	39,95	5,10
	39,50	4,90
	40,10	4,85
	40,15	4,80
	Valor medio	40,00

96 % de corindón

Presión de moldeo	Porosidad %	Conductividad térmica, k kcal/hr.m <sup>2</sup> .°C/m. t = 178 °C
410	38,50	5,10
	38,80	5,05
	37,60	5,15
	32,00	5,60
	38,20	5,05
	38,05	5,15
	38,20	5,10
	38,00	5,30
	37,95	5,10
	37,80	4,90
	Valor medio	38,00
550	34,90	5,50
	34,85	5,40
	35,40	5,10
	35,30	5,20
	35,00	5,30
	35,10	5,25
	35,05	5,25
	35,10	5,35
	34,95	5,40
	34,90	5,30
	Valor medio	35,00

Porosidad %	Conductividad térmica real kcal/hr.m <sup>2</sup> .°C/m.
44	4,65
40	4,90
38	5,15
35	5,38

TABLA NUM. 18

Resumen de las medidas: Variación de la conductividad térmica con la porosidad. Dosificación del 96 % de corindón.

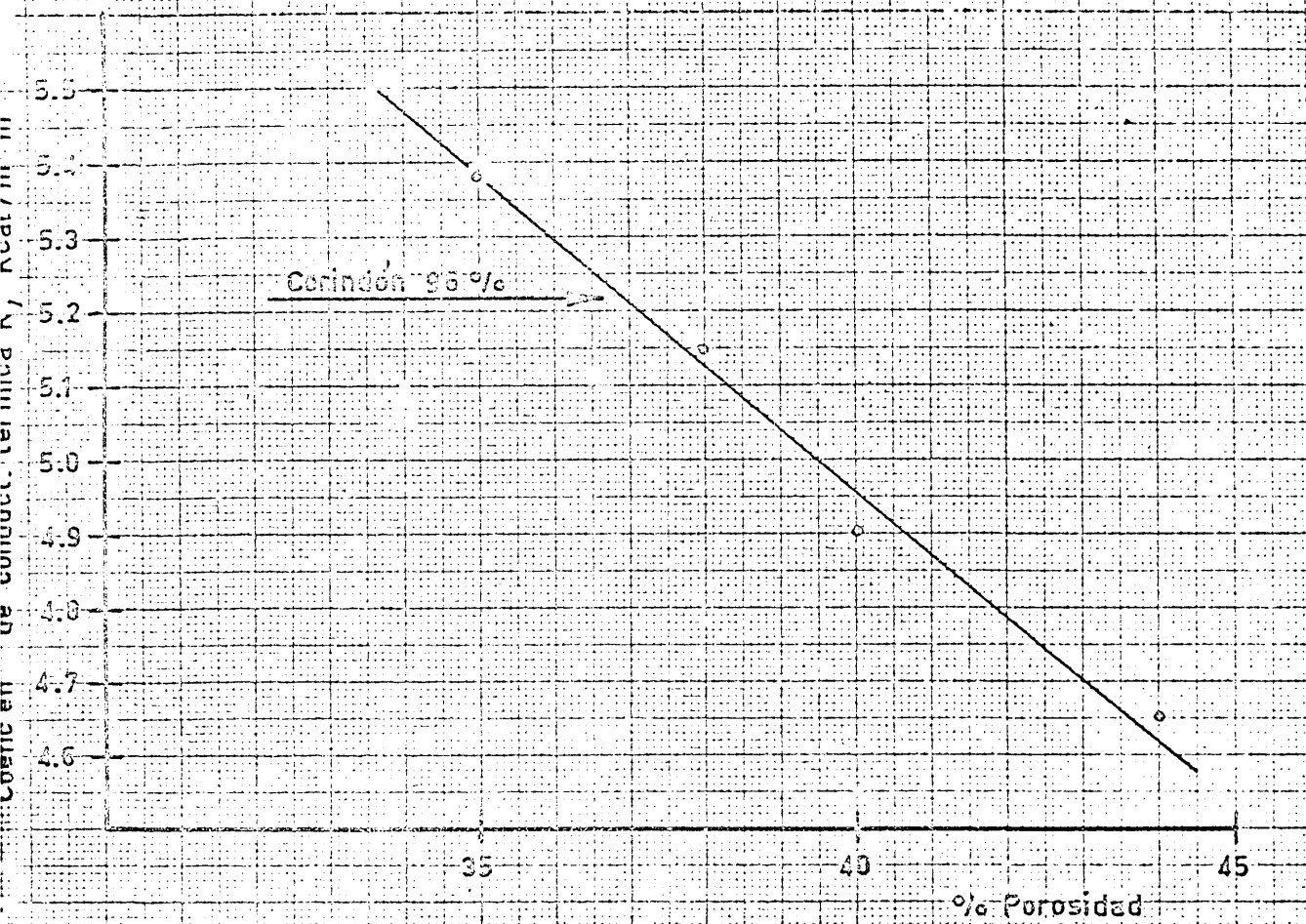


fig. 26

Variación de la conductividad  
térmica con la porosidad.

Conclusiones a los resultados experimentales del estudio de la conductividad térmica.

De los ensayos realizados, se pueden deducir las siguientes conclusiones:

1). Se han estimado por cálculo, que en el intervalo de 100 á 500 °C, el coeficiente de conductividad térmica,  $k$ , varía entre 8 y 3,50 kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m.

2). Las predicciones estudiadas, tomando como modelo el flujo paralelo o el serie, dan resultados muy próximos. Así, por ejemplo, en el caso del corindón aglomerado con una dosificación del 96 % de corindón, la conductividad térmica,  $k$ , á 100 °C alcanza unos valores de 7,20 y 7,14 aplicando las ecuaciones del flujo paralelo o serie respectivamente.

3). Se observa una diferenciación suficiente en la conductividad térmica al variar la dosificación, al menos en el intervalo experimentado de 100 á 85 % de corindón, lo que puede ser útil para diferenciar composiciones.

4). El valor de la conductividad térmica para probetas de composición del 96 % de corindón, en el intervalo de temperaturas de 100 á 363 °C, varía desde 4,97 á 4,21 kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m.

5). El valor de la conductividad térmica, para probetas con composiciones del 91 % de corindón, en el intervalo de temperaturas de 100 á 300 °C, varía desde 5,60 á 4,50 kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m.

6). La conductividad térmica del corindón aglomerado con vidrio de borosilicato, aumenta al aumentar la proporción de vidrio en la composición.

7). La conductividad del corindón aglomerado decrece al aumentar la temperatura.

8). La conductividad de este material puede ser representada por una ecuación del tipo:

$$k = \frac{A}{T}$$

en donde A es una constante que tiene un valor determinado para cada dosificación. Esta expresión es válida en el intervalo de 100 á 500 °C.

9). Las medidas efectuadas, a una temperatura media de 172 °C, han proporcionado unos valores ligeramente más bajos que los que se dedujeron de las estimaciones teóricas, pero dentro de un intervalo de error admisible en estas medidas.

10). Para dosificaciones del 96, 91, 89,50 y 85 % de corindón, se han encontrado unos valores medios, resultado de diez probetas de cada dosificación, de 4,72; 5,32; 5,35 y 6,17 kcal/hr.m<sup>2</sup>.°C/m.

11). Las medidas efectuadas sobre cuatro series de probetas, con la composición del 96 % de corindón, y con una porosidad determinada para cada serie, han proporcionado unos valores de la conductividad que pueden ser expresados por la expresión  $k_m = k_s(1-P)$ , en donde  $k_m$  y  $k_s$  expresan las conductividades del aglomerado con una porosidad de valor 0 ó P respectivamente.

II.d - Textura.

Técnica de estudio:

Ensayo de caracterización de la  
textura.

II.d.2. Resistencia mecánica  
a la compresión.

## D. Ensayos de caracterización de la estructura (continuación)

### D.2. Medidas de resistencia mecánica a la compresión.

El segundo método indirecto para la caracterización de la estructura del corindón aglomerado es el estudio de las medidas de la resistencia mecánica. Como ya se ha dicho, ésta tiene un carácter estadístico, según se deduce de la teoría de Griffith sobre la fractura. Esto explica la dispersión que normalmente se encuentra en los resultados que se ofrecen a las medidas de la resistencia mecánica de materiales refractarios que se ofrecen en la bibliografía. La carencia de un mecanismo estadístico en el análisis de estos resultados hace generalmente de difícil comprensión los resultados experimentales de este método de medida. Por esto, ha parecido conveniente ordenar mediante un análisis estadístico los resultados obtenidos en los ensayos de resistencia mecánica, con el fin de conseguir una mejor comprensión del fenómeno aplicado a la tecnología de los abrasivos.

Los dos asuntos fundamentales de esta investigación son

1º). Estudiar las limitaciones que tiene la aplicación de la Norma DIN 51067 en la rotura de probetas de corindón aglomerado para su uso abrasivo.

2º). Ver el grado de sensibilidad del ensayo de resistencia a la compresión.

## Plan de trabajo de los ensayos de resistencia mecánica.

Se estudiarán la resistencia a la compresión en frío de cuatro composiciones de corindón aglomerado. Los resultados serán ordenados con un mecanismo elemental estadístico, estimando las características esenciales de la distribución y proponiendo una ley de frecuencia que parezca más conveniente para representar las observaciones. Se considerará la dispersión estandar de los resultados con vistas a fijar un límite superior de error del método. Se trazará el polígono de frecuencia, así como las curvas de frecuencia acumulada, etc., calculándose los valores de la tendencia central con la media aritmética.

Se estimará el error sobre la medida de diez ensayos para la composición del 96 % de corindón y de doce ensayos para las restantes composiciones. Previamente serán eliminados aquellos resultados que presentan deficiencias en su fractura.

A la vista de los resultados experimentales y de su interpretación estadística se intentará establecer un orden de magnitud del grado de sensibilidad para diferenciar las dosificaciones por medio de ensayos de resistencia mecánica.

Así mismo, se intentará discutir la validez del empleo de la Norma DIN 51067 en estos ensayos con muelas abrasivas, considerando el número mínimo de probetas rotas que se deben emplear.

## Método operatorio.-

Se ha utilizado como guía la Norma DIN 51067, con algunas variaciones en las dimensiones de la probeta tipo que se especifica en la mencionada Norma.

### II.1). Forma de las probetas.-

Se han preparado probetas cilíndricas con un diámetro medio de 3,56 cm. y una altura de 3,45 cm.

En todo lo demás se han seguido las especificaciones que se indican en el apartado 3 de la Norma DIN 51067.

### II.2). Naturaleza de las probetas.-

Se han utilizado las siguientes composiciones: 96, 91, 89,50 y 85 % de corindón grano núm. 60 y el resto de vidrio aglomerante de borosilicato. En el proceso de fabricación de las probetas se han mantenido las siguientes características

Presión de moldeo: 287 kg/cm<sup>2</sup>.

Tiempo de moldeo: 15 minutos.

Tipo de molde: Flotante, cuatro columnas.

Temperatura de sinterización: 1.250 °C.

### II.3). Toma de muestras.-

Se prepararon quince probetas de cada una de las cuatro composiciones en estudio, entre las cuales se seleccionaron doce de cada composición, eligiendo aquellas que parecían

más perfectas por su aspecto y ausencia de defectos exteriores.

#### II.4). Preparación de las probetas.-

Según Norma DIN 51067.

#### II.5). Aparato de ensayo.-

En ensayo de compresión se realizó con una prensa de 20 toneladas de la TONNINDUSTRIE, Berlín, previamente tarada con cilindros Amsler (1). El alcance dinamométrico de la prensa era superior a la fuerza máxima que se estimaba probable para romper las composiciones del 96 y 91 %, estando casi en el límite de fuera para las composiciones del 89,50 y 85 % de corindón.

#### II.6). Ejecución.-

Las probetas se colocaron bien centradas entre las placas de compresión de la máquina de ensayo. No se emplearon capas intermedias de carbón entre las probetas y la placa de compresión. Las probetas se sometieron a un aumento constante de presión, sin golpe de fuerza, hasta su rotura. El aumento de fuerza fué de 200 kg  $\pm$  20 por segundo.

#### II.7). Resultados brutos.-

En la tabla núm. 19 se detallan los resultados obtenidos al romper las probetas confeccionadas con las cuatro com-

---

(1) Se ha descrito esta máquina en las páginas 127 á 131, correspondientes al Proceso de fabricación de las probetas.

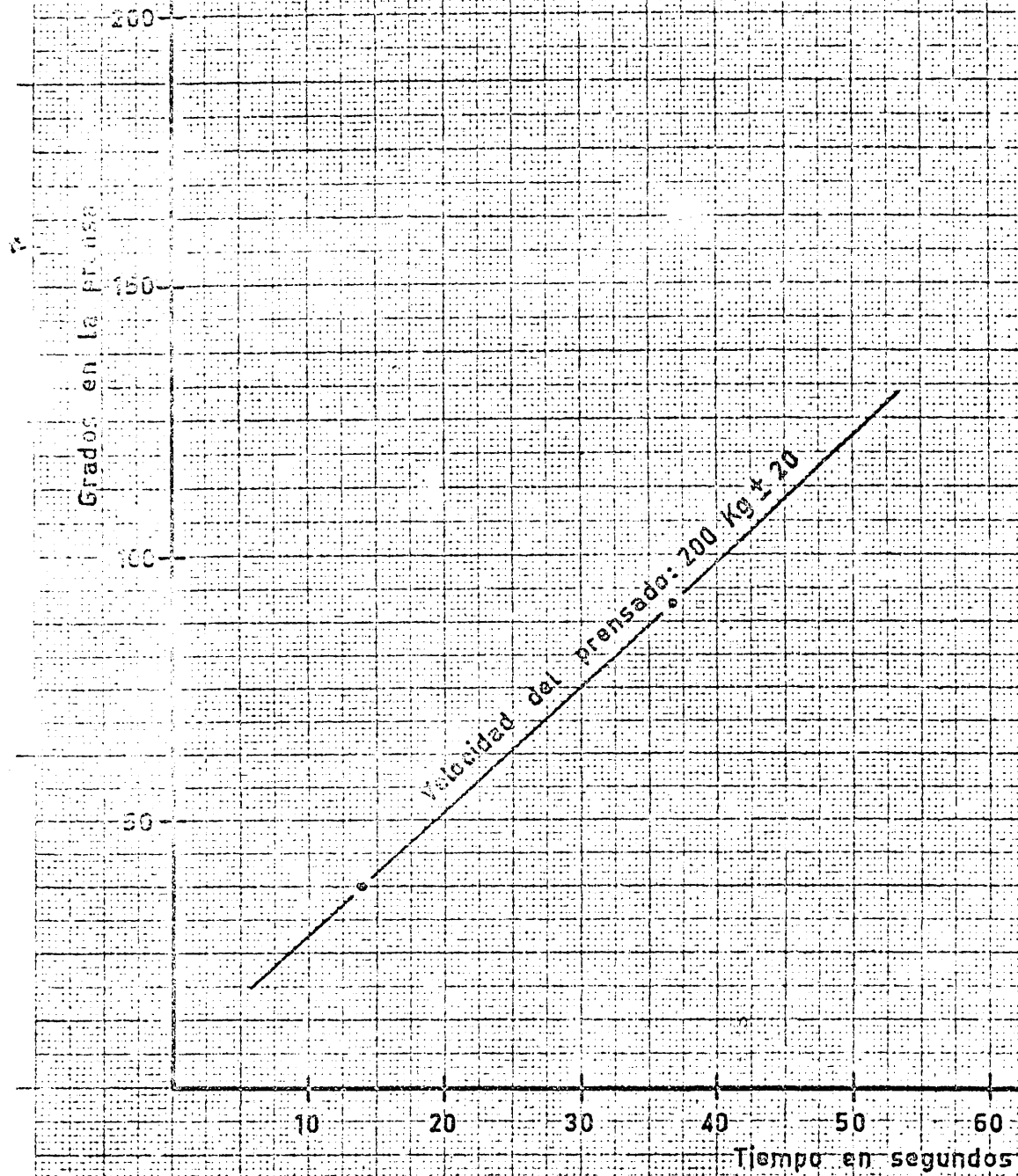


fig.27

Diagrama tiempo-fuerza empleado en los ensayos de resistencia a la composición.

Composición: 96 % de corindón más 4 % de vidrio aglomerado de borosilicato.

Núm. probeta	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Resist.mecán. en kg/cm <sup>2</sup> .	608	603	543	583	615	608	624	595	534	622	551	585
Clase fract(1)	B	B	R	R	B	R	B	B	M	B	M	B

Composición: 91 % de corindón más 9 % de vidrio aglomerante de borosilicato.

Núm. probeta	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Resist.mecán. en kg/cm <sup>2</sup> .	1.162	1.158	1.070	1.157	1.239	1.189	1.275	1.134	1.101	1.190	1.125	1.231
Clase fract(1)	B	B	R	B	B	B	R	B	B	B	B	R

Composición: 89,50 % de corindón más 10,50 % de vidrio aglomerante de borosilicato.

Núm. probeta	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Resist.mecán. en kg/cm <sup>2</sup> .	1.385	1.353	1.320	1.328	1.369	1.069	1.296	1.280	1.280	1.215	1.223	1.295
Clase fract(1)	R	R	R	B	B	B	R	R	B	B	B	B

Composición: 85 % de corindón más 15 % de vidrio aglomerante de borosilicato.

Núm. probeta	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Resist.mecán. en kg/cm <sup>2</sup> .	1.992	1.879	1.862	1.620	1.690	1.851	1.809	2.063	1.720	1.825	1.805	1.650
Clase fract(1)	B	B	R	B	B	B	R	B	R	R	R	M

(1) Buena, B. Regular, R. Mala, M.

TABLA NUM. 19 .- Resultados experimentales. Variación de la resistencia mecánica a la compresión con la composición.

posiciones. En esta tabla se especifica la clase de fractura, buena, regular o mala, con vistas a una selección final de los resultados, no incluyéndose en los cálculos los que se señalan con M, por presentar una fractura defectuosa.

### III. Análisis estadístico de los resultados obtenidos.

A continuación se investigan las principales características de las distribuciones observadas, y se propone una ley de frecuencia que se acomode a las observaciones efectuadas.

#### III.1). Principales características de la distribución.

Cálculo de los valores medios,  $\bar{x}$  .-

Se han seleccionado los valores aceptables entre los resultados brutos indicados en la tabla anterior.

Calculando los valores medios,  $\bar{x}$ , se obtiene la tabla siguiente:

Composición, %		Resistencia
Corindón grano 60	Vidrio aglomerante	a la compresión en $\frac{\text{kg}}{\text{cm}^2}$ .
		$\bar{x}$
96,00	4,00	599
91,00	9,00	1.165
89,50	10,50	1.284
85,00	15,00	1.831

Variación de la resistencia mecánica con la dosificación.

Por otra parte, recordando los valores medios de la porosidad correspondiente a estas dosificaciones, dentro del régimen de presiones de moldeo empleadas (1), se pueden correlacionar los valores de la porosidad con la resistencia mecánica.

Porosidad %	Resistencia mecánica $\bar{x}$ , kg/cm <sup>2</sup> .
44	599
42	1.165
39	1.284
35	1.831

TABLA NUM. 20 .- Comparación de los valores correspondientes entre porosidades y resistencia mecánica.

Calculados los valores medios,  $\bar{x}$ , en kg/cm<sup>2</sup>., se ha continuado operando con los resultados brutos obtenidos en el ensayo de rotura, mediante el cálculo de la varianza,  $v$ , y de la desviación estandar,  $s$ .

Como sabemos, estos parámetros caracterizadores de la distribución, están relacionados mediante la expresión:

$$v = s^2 = \frac{(x_1 - \bar{x})^2 f}{N-1}$$

---

(1) Ver página 138.

en la que

$v$  = varianza,

$s$  = desviación estandar,

$x_1$  = valor bruto,

$\bar{x}$  = valor media aritmética,

$f$  = frecuencia,

$N$  = número de ensayos.

Aplicando esta expresión se ha obtenido la tabla siguiente:

Composición, %		Varianza,	Desviación estandar
Corindón	Vidrio aglomerante	$v$	$s$
96,00	4,00	684	26
91,00	9,00	3.015	55
89,50	10,50	5.542	74
85,00	15,00	16.600	128

TABLA NUM. 21.- Valores de la varianza y de la desviación estandar en función de la composición.

## Estimación del intervalo de confianza.

Los límites de confianza para el valor medio de los resultados experimentales hallados, con una confianza del 95 %, vienen dados por la expresión:

$$\bar{x} \pm \frac{t s}{\sqrt{N-1}}$$

Siendo  $s$  el valor de la desviación estandar, estimado en un número limitado de ensayos,  $N$ ; el valor de  $t$  lo tomaremos de la tabla de Student, para  $N = 10$ , podemos estimar  $t = 2,23$ .

Como es sabido, el intervalo de confianza es igual al intervalo entre los límites. Así mismo, el límite de confianza es igual al grado de confianza, que, en nuestro caso, lo estimamos como suficiente con el 95 %.

En las páginas siguientes se expresa gráficamente el análisis estadístico de los resultados brutos obtenidos en este ensayo de resistencia mecánica.

En la figura núm. 28, se hace una representación de las tablas núms. 20, y 21, expresando la variación de la resistencia mecánica con la composición y con la porosidad. El área rayada delimita el campo de resultados con una probabilidad del 95 %, en función de  $2s$ .

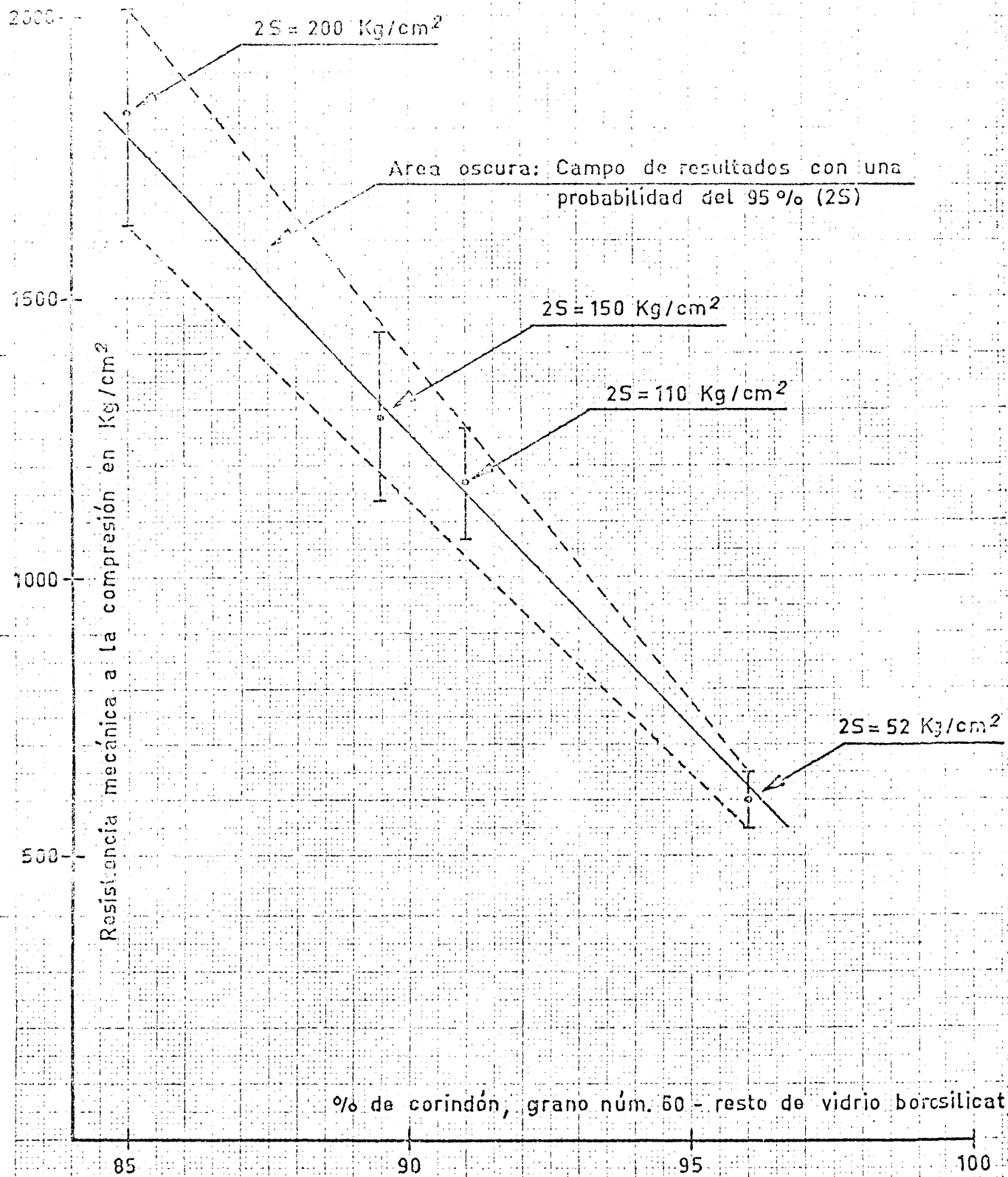


fig. 28

Variación de la resistencia mecánica a la compresión con la composición.

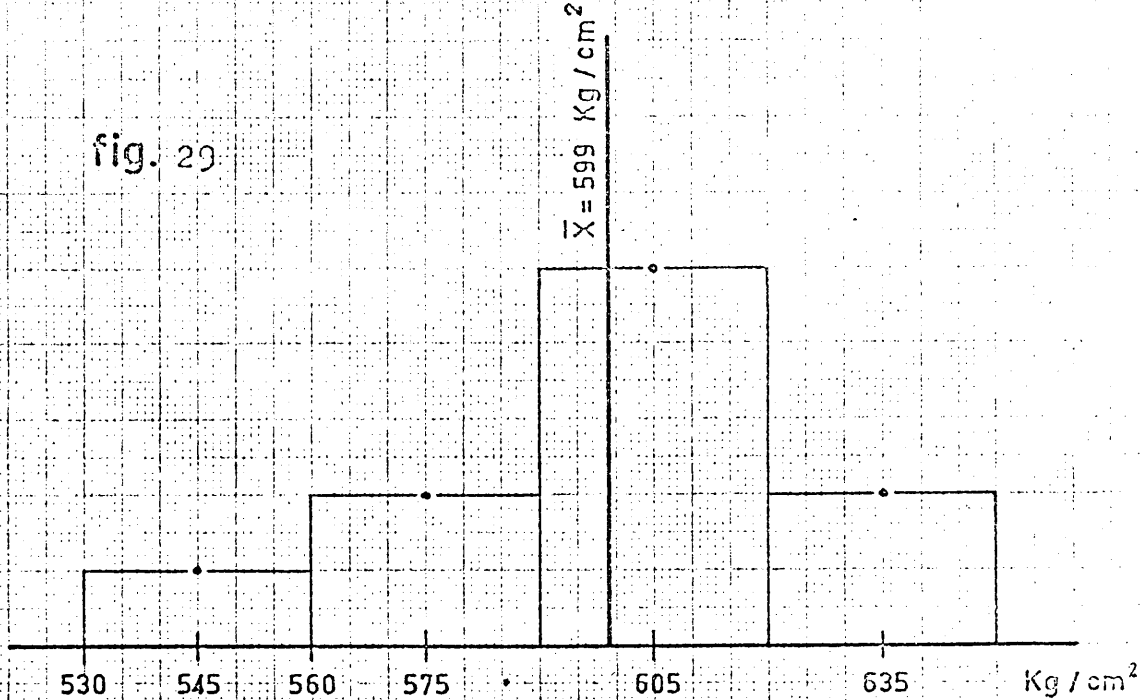
En las figuras núms. 29, 30, 31 y 32 se hace una representación de los histogramas correspondientes a las diferentes composiciones.

Composición		Valor medio	Núm.	Desvia-	Intervalo de
% de	% de	de la resis-	de	ción es-	confianza
corin-	vi-	tencia a la	pro-	tandar	2,23 s
dón.	drío	compresión,	be-	calcula-	$\bar{x} \pm \frac{2,23 s}{\sqrt{N-1}}$
		$\bar{x}$ , kg/cm <sup>2</sup> .	tas	da, s.	
96,00	4,00	599	10	26	599 kg $\pm$ 19
91,00	9,00	1.165	12	55	1.165 kg $\pm$ 37
89,50	10,50	1.284	12	75	1.284 kg $\pm$ 50
85,00	15,00	1.830	11	100	1.831 kg $\pm$ 100

TABLA NUM. 22 .- Intervalo de confianza.

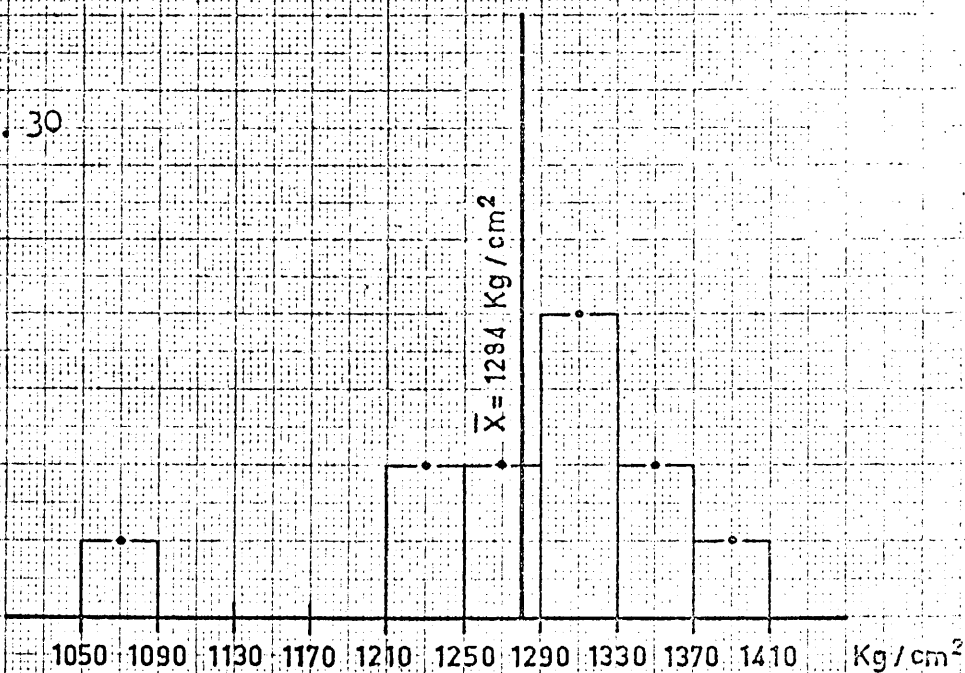
Se puede observar como al aumentar la proporción de vidrio aglomerante no solo aumenta el valor medio,  $\bar{x}$ , de la resistencia a la compresión, sino que también aumenta el intervalo de confianza.

fig. 29



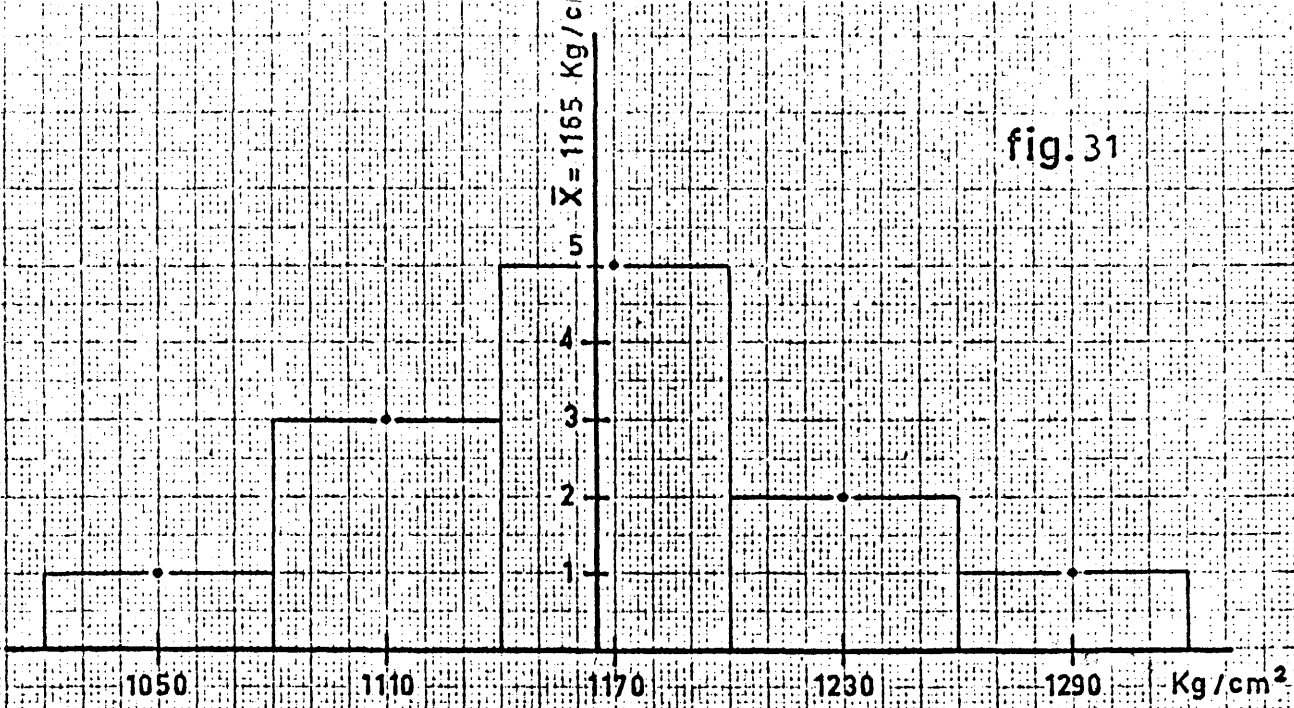
Polígono de frecuencias. Histograma.  
Composición del 96 % de corindón.

fig. 30



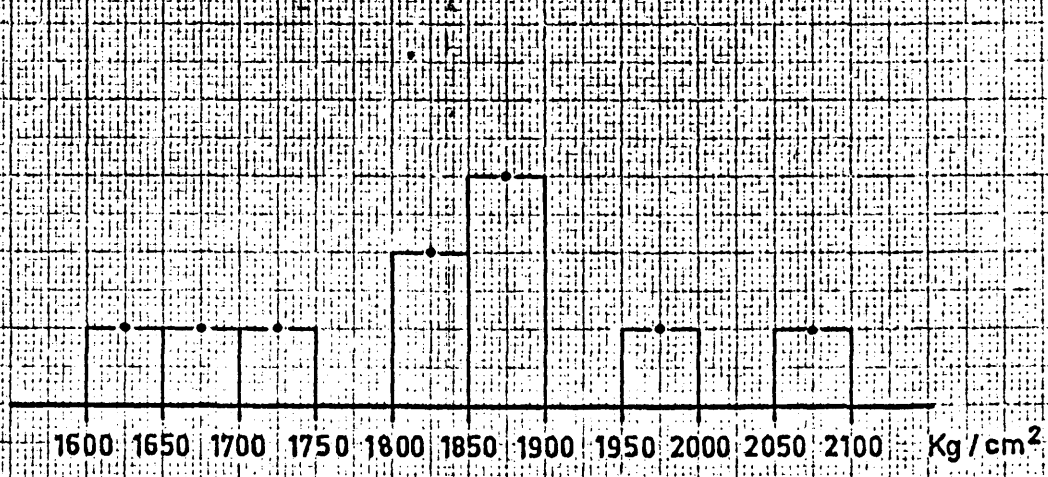
Polígono de frecuencias. Histograma.  
Composición del 89,50 % de corindón.

fig. 31



Polígono de frecuencias. Histograma.  
Composición del 91% de corindón.

fig. 32



Polígono de frecuencias. Histograma.  
Composición del 85% de corindón.

Curvas de frecuencia acumulada.

Distribución de la frecuencia relativa.-

La frecuencia relativa de una clase es la frecuencia de la clase dividida por la frecuencia de todas las clases. La frecuencia acumulada es la frecuencia total de todos los valores menores que el límite superior de un intervalo de clase dado.

En las tablas y figuras siguientes se presenta la frecuencia relativa, y la frecuencia relativa acumulada correspondiente a los resultados experimentales obtenidos.

Distribución de la clase, kg/cm <sup>2</sup> .	Frecuencia, f	Frecuencia relativa %	Frecuencia relativa acumulada
500-560	1	10	10
560-590	2	20	30
590-620	5	50	80
620-650	2	20	100
1.020-1.080	1	8,34	8,34
1.080-1.140	3	25,00	33,34
1.140-1.200	5	41,66	75,00
1.200-1.260	2	16,66	91,66
1.260-1.320	1	8,34	100,00

TABLA NUM. 23 .- Frecuencia relativa y frecuencia relativa acumulada a los resultados experimentales,

Distribución de la clase, kg/cm <sup>2</sup> .	Frecuencia f	Frecuencia relativa %	Frecuencia relativa acumulada.
1.050-1.090	1	8,35	8,35
1.090-1.130	-	-	-
1.130-1.170	-	-	-
1.170-1.210	-	-	-
1.210-1.250	2	16,66	25,01
1.250-1.290	2	16,66	41,67
1.290-1.330	4	33,33	75,00
1.330-1.370	2	16,66	91,66
1.370-1.410	1	8,34	100,00
1.600-1.650	1	10	10
1.650-1.700	1	10	20
1.700-1.750	1	10	30
1.750-1.800	-	-	-
1.800-1.850	2	20	50
1.850-1.900	3	30	80
1.900-1.950	-	-	-
1.950-2.000	1	10	90
2.000-2.050	-	-	-
2.050-2.100	1	10	100

TABLA NUM. 23 (Continuación)

Frecuencia relativa y frecuencia relativa acumulada correspondiente a los resultados experimentales.

## Discusión de los resultados obtenidos en el ensayo de compresión.

La inspección del cálculo elemental efectuado en las páginas anteriores revela la simplicidad y el valor de la aplicación del análisis estadístico a los resultados brutos obtenidos en los ensayos de resistencia mecánica de las probetas abrasivas.

En la tabla núm. 19 se observa el notable aumento experimentado por el valor medio de la resistencia mecánica, de 1.232 kg/cm<sup>2</sup>., solo con un incremento del 11 % en la dosificación del aglomerante. Esto se explica perfectamente a la luz del modelo de microestructura propuesto. Efectivamente, la resistencia mecánica del aglomerado está fundamentada en la resistencia de los puentes o cuellos de vidrio que aglomeran a los granos de corindón. Al aumentar la dosificación crece el valor del radio medio de la sección de estos puentes de vidrio.

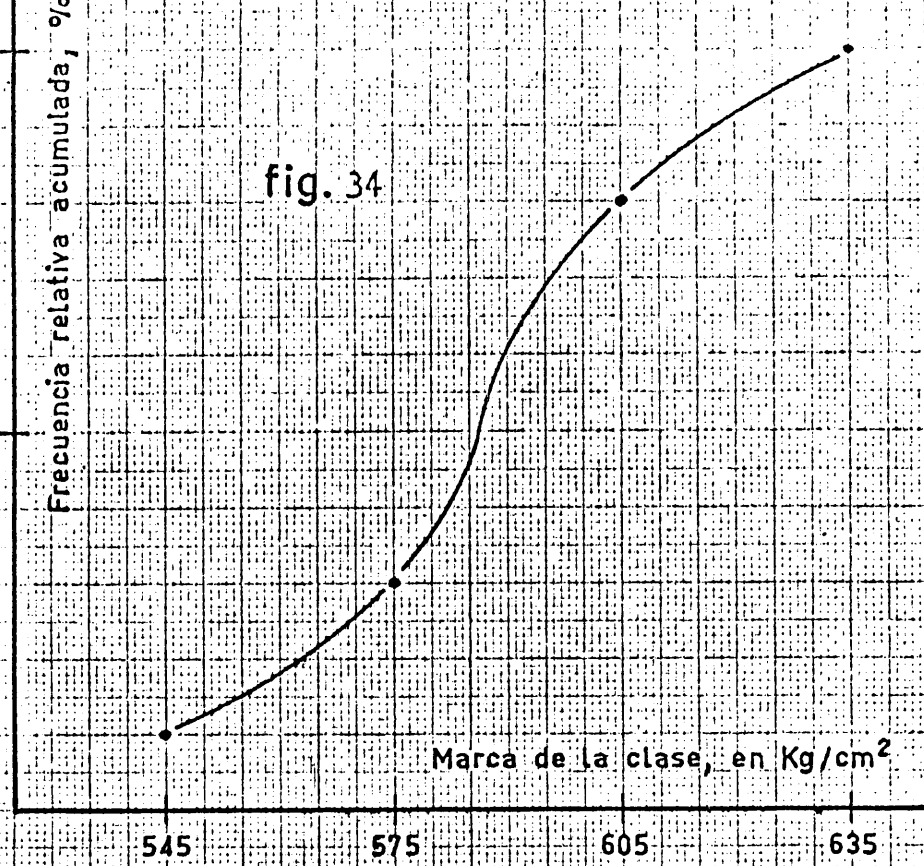
En la tabla núm. 20 se correlacionan porosidad con resistencia mecánica. Sin embargo, hay que tener en cuenta que dentro de una misma dosificación pueden obtenerse diferentes porosidades mediante la presión de moldeo aplicada. Esto nos indica, que la resistencia mecánica es también función del tipo de empaquetamiento. Por ello, no es correcto medir indirectamente resistencias mecánicas mediante ensayos de porosidad, si no se han fijado previamente las condiciones.

Pero en este caso, se comprende el interés de la medida de porosidades, técnica experimental sencillísima, que complementada con ensayos previos, puede informar indirectamente en experiencias no destructivas, sobre las resistencias mecánicas.

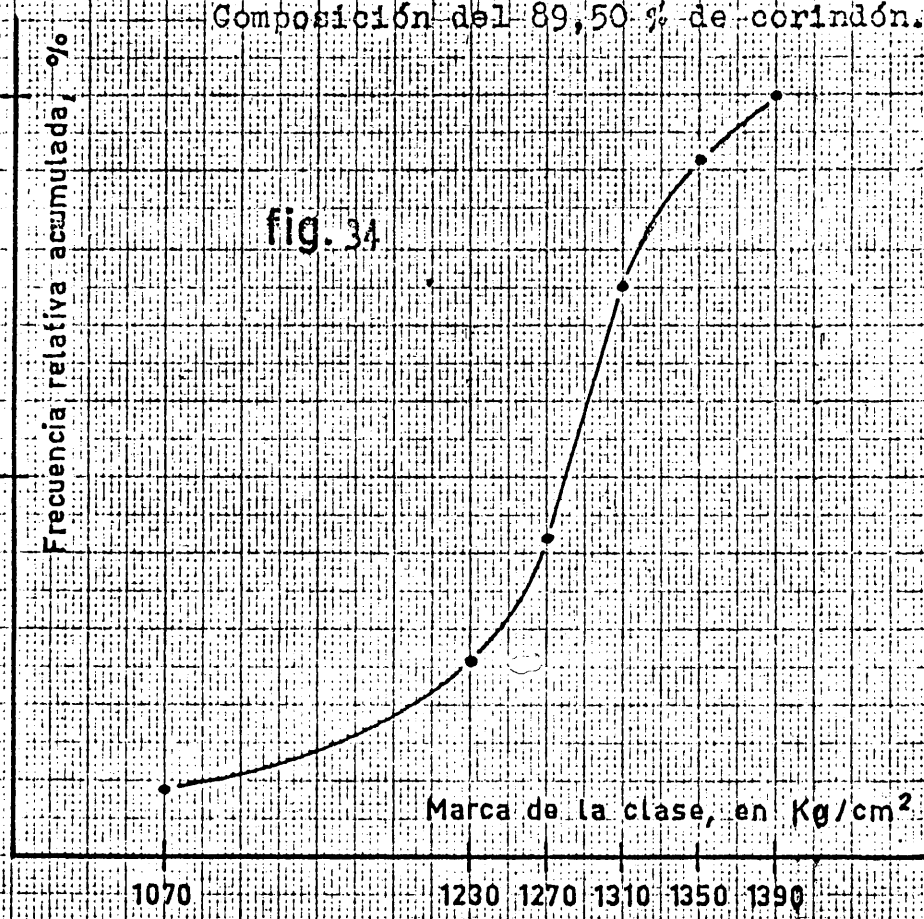
La inspección de la figura núm. 28, en la que se relacionan los valores de la resistencia a la compresión con la composición, nos revela que al aumentar la proporción de vidrio aglomerante aumenta el intervalo de confianza, y, por consiguiente, disminuye el grado de precisión en los ensayos. Una de las causas que pueden explicar estos hechos pudiera ser el que al aumentar la proporción de vidrio aglomerante se disminuye la similitud con un modelo coherente, aumentando las posibilidades de diferentes ordenaciones, sobre todo si, en algún caso, sus granos se encuentran separados excesivamente por puentes de vidrio. Por consiguiente, vemos como es preciso aumentar el número de ensayos al aumentar la proporción de aglomerante, lo cual comprueba que la Norma: DIN 51067 es aplicable a esta tecnología. Otra observación importante que podemos hacer al inspeccionar la figura núm. 28, es el que con este ensayo se tiene un límite práctico de sensibilidad para diferenciar dosificaciones, del 3 %.

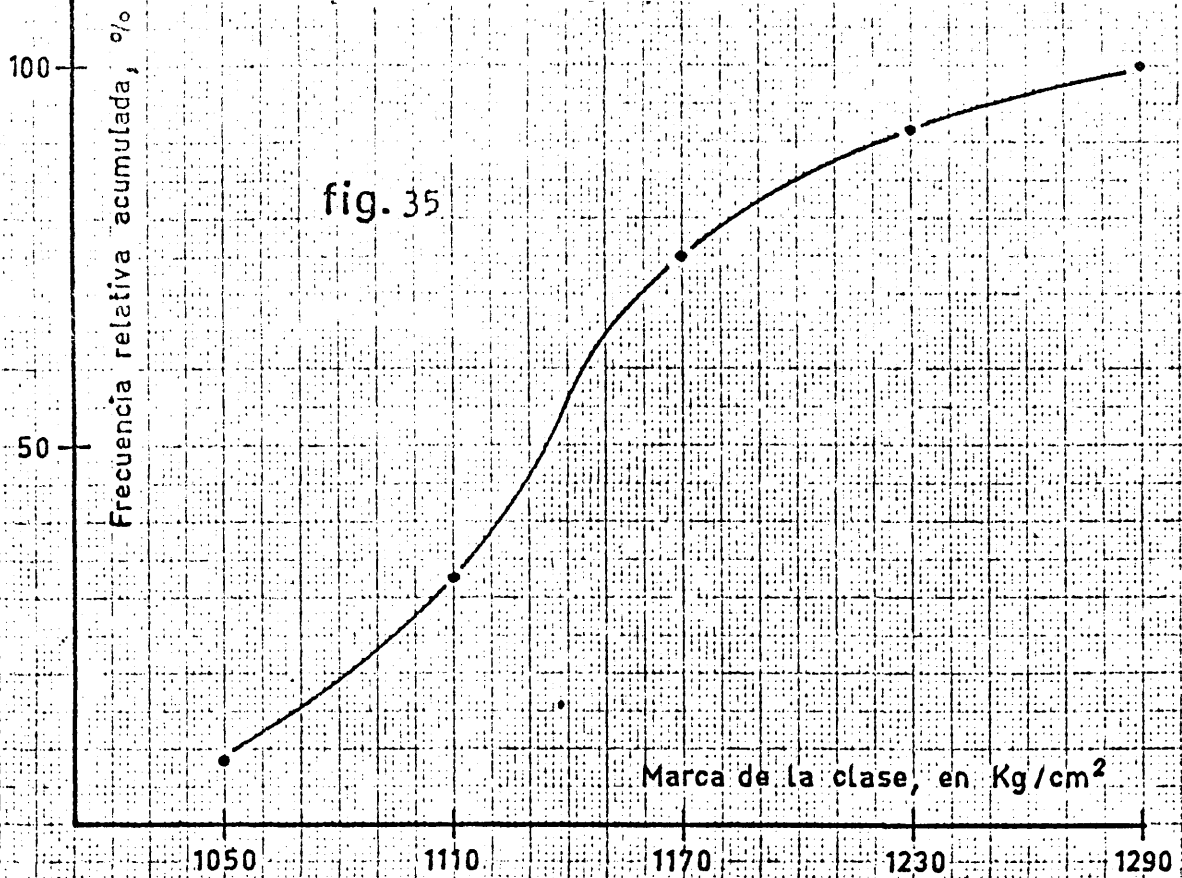
Los histogramas de las figuras 29, 30, 31 y 32 en los que se ordenan las diferentes dosificaciones, nos indican unos valores del grano de agudez de la kurtosis. Esto quizá sea debido al pequeño número de ensayos efectuados.

Las curvas de frecuencia relativa acumulada son normales.

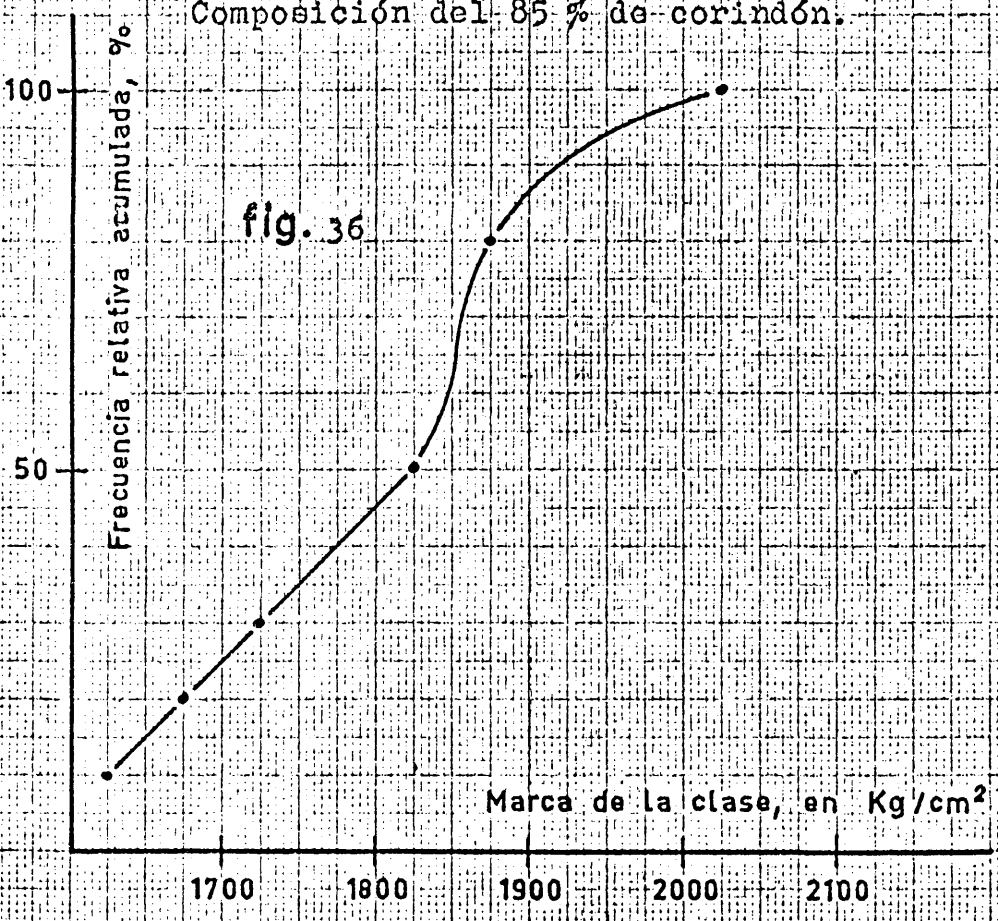


Curva de frecuencia relativa acumulada.  
Composición del 89,50 % de corindón.





Curva de frecuencia relativa acumulada.  
Composición del 85 % de corindón.





III - CONCLUSIONES



## CONCLUSIONES

A continuación se generalizan las conclusiones parciales ya expuestas en la parte experimental.

Un esquema de caracterización de la microestructura del corindón aglomerado debe definir los siguientes parámetros:

Tamaño y forma de grano.

Angulo de contacto entre el vidrio aglomerante y el corindón.

Índice de coordinación y tipo de empaquetamiento.

Textura.

### A). Sobre el tamaño y forma de grano.

A.1). En la determinación del tamaño de grano por análisis de tamizado se pone de manifiesto el carácter abrasivo del corindón sobre la tela del tamiz, por lo que ha de limitarse el tiempo al valor más pequeño que emplea la Norma ASA-M5-1932.

En el estudio de la influencia del tiempo de tamizado se demuestra no solo el riesgo de abrasión de las telas del tamiz, sino el de autoabrasión del propio grano y la ineficacia de una mayor insistencia en la operación. Esto último también se refleja en el estudio estadístico de reproducibilidad del ensayo, pues la varianza de la desviación estándar con el tiempo es muy pequeña y tiende rápidamente a hacerse asintótica.

A.2). Al estudiar el efecto de la carga de tamizado, se observa que la Norma ASA-M5-1932 de mínima carga no es recomendable en orden a la reproductibilidad del ensayo, cuando existen, como en este caso, frecuencias preferentes. Es más conveniente elevar su valor hasta que se manifiestan los porcentajes mínimos.

A.3). El análisis granulométrico diferencial se manifiesta como un procedimiento de control altamente revelador de las características del corindón para usos abrasivos, como se observa al aplicarlo a dos tipos diferentes de grano. El resultado de este tipo de análisis nos señala, por una parte, las fracciones de tamaño más frecuentes y los diámetros probables, y por otra, y con el auxilio de una representación logarítmica, el carácter autoabrasivo del grano en su reflejo de alejamiento de una ley normal de distribución de tamaños.

B). Sobre el ángulo de contacto entre el vidrio aglomerante y el grano de corindón.

B.1). Para determinar el ángulo de contacto del vidrio aglomerante se ha aplicado la técnica del microscopio de calefacción y la medida directa por construcción geométrica sobre ampliaciones en tamaño DIN A4, de fotografías obtenidas de las probetas de vidrio fundido colocadas sobre placas o bandejas de corindón sinterizado.

Las experiencias realizadas inducen a considerar, como más probable, una ecuación exponencial para relacionar el ángulo de contacto,  $\theta$ , con el tiempo de calefacción, T, en la forma,  $\theta_t = \theta_0 T^n$ , siendo  $\theta_0$  el ángulo de contacto en un tiempo cero y la pendiente de la recta en la expresión  $\log \log$  de la ecuación precedente.

B.2). Entre los aditivos ensayados se ha señalado como el más activo el óxido de litio, el cual en proporción del 1 % favorece el mojado del corindón por el vidrio aglomerante, disminuyendo el ángulo de contacto, porque reduce la temperatura de reblandecimiento del vidrio. Sin embargo, empleando concentraciones del 3 % aparecen efectos perjudiciales, explicándose éstos por posibles transformaciones de fases y procesos de desvitrificación del vidrio aglomerante.

C). Sobre el proceso de fabricación de las probetas.

Para la definición de los parámetros de la microestructura que se refieren fundamentalmente a las características del material acabado, es decir, índice de coordinación o tipo de empaquetamiento y textura, resulta de utilidad estudiar previamente la "historia" del producto elaborado, mediante el conocimiento del proceso de fabricación seguido en su elaboración y no limitarse, como se observa en otras investigaciones, al estudio exclusivo de los materiales en sí, ya que entre el proceso de fabricación, la porosidad, el empaquetamiento y la textura, existe una relación genética.

Como conclusión de estas experiencias para la obtención de probetas de corindón aglomerado, de características similares a las que normalmente presentan los materiales comerciales para usos abrasivos, se puede decir que el proceso de fabricación de las mismas dentro de las especies características que lo rodean, corresponde a una tecnología perfectamente controlada dentro de la ingeniería cerámica. Las variables más importantes fijadas en este estudio son:

- a). Granulometría.
- b). Contenido en humedad y aglomerante temporal óptimo.
- c). Características del moldeo, diseño del molde flotante y estudio de la velocidades y presiones de moldeo.
- d). Sinterización y acabado final.

D). Sobre los ensayos de porosidad.

D.1). La porosidad final de los aglomerados de corindón está condicionada esencialmente por la presión de moldeo y por la dosificación.

D.2). Manteniendo constante una dosificación, los hechos experimentales revelan una posible relación entre la porosidad,  $\underline{P}$ , y la presión de moldeo,  $p$ , que se puede expresar matemáticamente por la ecuación:

$$\underline{P} = A \log p + H$$

A = constante que a su vez depende de la dosificación.

H = es una función de la dosificación.

D.3). Manteniendo constante la presión de moldeo se observa como la porosidad decrece al aumentar la proporción de vidrio aglomerante. Sin embargo, las posibilidades con respecto a la variación de presión son menores que las obtenidas variando la presión de moldeo. La variación puede expresarse mediante una función lineal del tipo:

$$\% \text{ porosidad, } \underline{P} = A. \% \text{ composición, } Q - B$$

A y B = constantes experimentales,

para el caso de una presión de moldeo de 655 kg/cm<sup>2</sup>.

$$\underline{P} = 0,73 C - 36$$

D.4). El intervalo de porosidades conseguido es del 25 al 40 %, lo cual revela como insuficiente el modelo de empaquetamiento cúbico, y exige la aplicación de un modelo adecuado al tipo de empaquetamiento conseguido, dentro de los seis modelos descritos en la Introducción.

D.5). No se observa que pueda interferir los resultados anteriores la variación de la porosidad con el tiempo de moldeo, en los intervalos empleados, que son figuras reales de la práctica industrial.

D.6). La medida de la porosidad es una técnica sencilla de aplicación, pero importante por su información.

D.7). Aunque en una primera estimación se ha visto que puede conseguirse suficiente aproximación empleando el método rápido geométrico, se recomienda el empleo de la NORMA DIN 1065 para la medida de la porosidad.

D.8). Empleando composiciones del 85 % de corindón, la presión máxima de moldeo admisible, sin que el grano sufra aplastamiento, se ha estimado inferior á 1.710 kg/cm<sup>2</sup>.

E). Sobre la textura.

E.1). Conductividad térmica.

E.1.1). Las medidas de conductividad térmica revelan que a pesar de las dificultades intrínsecas de esta técnica de caracterización de la textura, constituyen un ensayo de gran porvenir en el estudio de las muelas abrasivas, por ser una técnica no destructiva en la que se pueden emplear formas o tamaños normales en este tipo de manufacturas (cilindros o conos de gran diámetro en relación con su altura).

Los resultados de los cálculos teóricos estimativos se aproximan bastante a los obtenidos experimentalmente.

E.1.2). Al emplear esta técnica se ha observado que la conductividad térmica de estos materiales decrece al aumentar la temperatura absoluta,  $T$ , según una ecuación empírica de la forma  $k = A/T$  en el intervalo de 100-400 °C considerados.

E.1.3). La conductividad térmica, está relacionada con la dosificación y con la porosidad mediante la ecuación  $k_m = k_s(1-P)$ , en la que  $k_m$  y  $k_s$  corresponden a las conductividades térmicas del material con y sin porosidad y  $P$  es el tanto por ciento de la porosidad real medida.

E.2). Sobre los ensayos mecánicos.

E.2.1.). Se ha comprobado como la resistencia mecánica del aglomerado está fundamentada en la resistencia de los puntos o cuellos de vidrio que unen los granos de corindón.

E.2.2). La resistencia mecánica a la compresión depende de la porosidad y, por consiguiente, del tipo de empaquetamiento o índice de coordinación.

E.2.3). La Norma DIN 51067, normal en ensayos de materiales refractarios es utilizable en la tecnología abrasivista. Teniendo en cuenta que a medida que aumenta la dosificación de vidrio aglomerado es preciso aumentar el número de ensayos mínimos, pues aumenta también el intervalo de confianza.

E.2.4). El límite práctico de sensibilidad, en la diferenciación de dosificaciones, de este ensayo, es del 3 %.

E.2.5). Fijando previamente las condiciones, es factible medir indirectamente la resistencia mecánica a la compresión probable de un material abrasivo utilizando una medida, más elemental, de porosidad.

---

IV - BIBLIOGRAFIA



"PHISICAL PROPIERTIES OF SYNTHETIC CORUNDUM". A Synposium. (Fizicheskie svoistra sinteticheskogo korunda). Edited by A.V. Shubnikov, M.V. Klassen Nekyudova and S.V. Grumgrzhimailo. Trudy Inst. Krist Akad Nank sssR. No. 3, 356 pp. (1953).

"MEDIDA DE LAS CONSTANTES ELASTICAS DE MATERIALES POR TECNICAS NO DESTRUCTIVAS. DETERMINACION DEL MODULO ELASTICO DEL GRAFITO POR EL METODO DE RESONANCIA DE ONDAS TRANSVERSALES". Rodrigo Méndez-Peñalosa y J.L.Otero. Energía Nuclear. Julio-septiembre, nº. 23.

"SMALL PARTICLE STATISTICS". G.Herdan, Elsevier.

"ANALISIS GRANULOMETRICO DE ARCILLAS". G.W. Phelps. Bull. Amer. Ceram. Soc. 39 (5) 267-269 (1960).

"PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DE LOS GRANOS ABRASIVOS". I. Anom. Grinding Finishing, 9 (3) 34-37 (1963).

"PROPIEDADES FISICO QUIMICAS DE LOS GRANOS ABRASIVOS". II. Anom. Grinding and Finishing, 9 (4) 34-38 (1963).

"TESTING THE TOUGHNESS OF ABRASIVE PARTICLES". J. Peklenix. Ind. Diamond Rev. 20 (238) 166 - 6 pp (1960).

"NEW METHOD FOR THE DETERMINATION OF THE TOUGHNESS OF ABRASIVE GRAIN". H. Abrecht. Ber deut keram Ges. 37 (8) 355 (1960).

"INVESTIGATION OF THE TENACITY OF ABRASIVES". K. Giesen  
Radex Rundschau, 1959. No. 5 pp. 640-659.

"DETERMINING HARDNESS AND TOUGHNESS OF ABRASIVE". A.  
Pemberton. Ind. Diamond Rev. 13 (148) 67-70 (1953).

"INERT POROSITY". J.A.Drennan. Transaction of the  
British Ceram. Soc. August 1964. Vol. 63, pag. 373-388.

"STUDIES OF PORE SIZE DISTRIBUTION. STUDIES THE EFFECT  
OF FIRING TEMPERATURE". By J.O.May and B.Butterworth.

"ELASTIC CONSTANTS OF A SOLID CONTAINING SPHERICAL HOKS"  
Proc. Phys. Soc. (London). 63B (1) 2-11 (1950).

"LA MORPHOLOGIE DES PORES DANS LES PRODUITS CERAMIQUES.  
LEURS DIMENSIONS ET LEUR REPARTITION CAPILLAROMETRIE". P.  
Bremond. Bull Soc. Française de Ceramique. Vol. 37 pag.  
23 Oct.-Dec. 1957.

"DUNDAMENTS OF GLASS-TO-METAL BONDING, I WETTABILITY  
OF SOME GROUP I AND GROUP VIII METALS BY SODIUM SILICATE  
CLASS". V.F.Zackay, D.W.Mitchell, S.P.Mitoff and J.A. Pask.  
S. Am. Ceram. Soc., 36 (3) 84, 89 (1953).

"FUNDAMENTALS OF GLASS-TO-METAL BONDING: VIII, NATURE  
OF WETTING AND ADHERENCE". By Joseph A. Pask and Richard M  
Fulrath. Journal of the American Ceramic Soc. Ceramic  
Abstracts, Decembar 1963, pag. 592.

"PROPERTIES OF ALUMINO BORATE GLASSES OF GROUP II METAL OXIDES: I, GLASS FORMATION AND THERMAL EXPANSION". Chikara Hirayana. Journal Am. Ceram. Soc. Dec. 1, 1961, Vol. 44, No. 12, pag. 602-606.

"VISCOSITY TIME-TEMPERATURE RELATIONS IN GLASS AT ANNEALING TEMPERATURE". Jour. Am. Cer. Le. (12) 619-631 (1933). H.R.Liffie.

"EFFECT OF MOLYBDENUM AND OTHER OXIDES ON SURFACE TENSION OF SILICATE MELTS". Amberg, C.R. J.Am.Cer.Soc. 29-87 (1946).

"SOME PHYSICAL PROPERTIES OF TWO - PHASE CRYSTAL - GLASS SOLIDS". D.B.Benns. Science of Ceramics. I. Academic Press. London.

"TEXTURE OF REFRACTORIES". L.Lecrivain. Trans. Brit. Ceram. Soc. 57, 687 (1958).

"CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA PERMEABILITE GAZEUSE DES PRODUITS CERAMIQUES A FROID ET A TEMPERATURE ELEVE". P.Bremond. Bull Soc. Française de Ceramique. No. 14, pag. 15. Janvier - Mars 1952.

"DENOMBREMENT DES PORES EN FONCTION DE LEUR DIMENSION DANS LES MORTIERS DURAS". R.Robot. Bull Soc. Française de Ceramique No. 51, avril-juin 1961, pag. 93.

"STUDIES OF PORE SIZE DISTRIBUTION. STUDIES APPARATUS FOR THE MEASUREMENT OF COARSE PORES". A.Watson, J.O. May and B.Butterworth. Trans. Brit. Ceram. Soc. 56, 37 (1957).

"INTERNAL FRICTION IN CERAMICS". N.F.Astbury and W.F. Davis. Transactions of the British Ceramic Soc. January 1964, Vol. 63.

"SOME FACTORS THAT AFFECTS THE RESISTANCE OF ABRASIVE GRITS TO WEAR". E.J.Duwell and W.J.Mac Donald. "Wear", 4, (5) 372-383 (1961).

"PARTICLE SIZE AND GRINDING METHOD AS FACTORS IN DIE CONTROL". L.R.Whitahm. Brick & Clay Record, April 1945, pag. 42.

"FACTORS INFLUENCING THE THERMAL CONDUCTIVITY OF NONMETALLIC MATERIALS". Symposium on Thermal Insulating Materials. Philadelphia: ASTM, 1939. pp 3-67.

"THERMAL CONDUCTIVITY: I, CONCEPTS OF MEASUREMENT AND FACTORS AFFECTING THERMAL CONDUCTIVITY OF CERAMIC MATERIALS". Kingery, W.D. and M.C.Mcquerrie. J.Am.Ceram.Soc., 37 February 1954, pp. 67-72.

"CONDUCTIVITY IN AGREGATES". Powers, A.E. Kalp 2145, March 6, 1961.

"THERMAL CONDUCTIVITY: IV, APPARATUS FOR DETERMINING THERMAL CONDUCTIVITY BY A COMPARATIVE METHOD; DATA FOR Pb, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BeO and MgO". Francl. J. and W.D. Kingery. J.Am.Ceram.Soc., 37, February 1954.

"THERMAL CONDUCTIVITY. VII, ANALYSIS OF VARIATION OF CONDUCTIVITY WITH TEMPERATURE FOR Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BeO and MgO". McQuarrie, M. J.Am.Ceram.Soc., 37, February 1954. pp. 91-95.

"THERMAL CONDUCTIVITY: VIII, A THEORY OF THERMAL CONDUCTIVITY OF POROUS MATERIALS". Loeb, A.L. J.Am.Ceram.Soc. 37, February 1954, pp 96-99.

"THERMAL CONDUCTIVITY: IX, EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF EFFECT OF POROSITY ON THERMAL CONDUCTIVITY". Francl, J. and W.D. Kingery. J.Am.Ceram.Soc., 37, February 1954, pp. 99-107.

"THERMAL CONDUCTIVITY: X, DATA FOR SEVERAL PURE OXIDE MATERIALS CORRECTED TO ZERO POROSITY". Kingery, W.D., et. al. J.Am.Ceram.Soc., 37, February 1954, pp. 107-110.

"THERMAL CONDUCTIVITY: XI, CONDUCTIVITY OF SOME REFRACTORY CARBIDES AND NITRIDES". Vasilos, T. and W.D. Kingery. J.Am.Ceram.Soc., 37, September 1954, pp. 409-414.

"THERMAL CONDUCTIVITY: XII, TEMPERATURE DEPENDENCE OF CONDUCTIVITY FOR SINGLE-PHASE CERAMICS". Kingery, W.D. J.Am.Ceram.Soc., 38, July 1955, pp 251-255.

"THERMAL CONDUCTIVITY: XIII, EFFECTS OF MICROSTRUCTURE ON CONDUCTIVITY, OF SINGLE-PHASE CERAMICS". Charvat, F.R. and W.D.Kingery. J.Am.Ceram.Soc., 40, pp. 306-315.

"THERMAL CONDUCTIVITY OF CERAM REFRACTORY MATERIALS". Eucken, A. Forsch. Gebiete Ingenierw., B3, No. 353, (March-April), 1932. 16 pp.

"PRINCIPLES OF HEAT FLOW IN POROUS INSULATORS". Russell H.W. J.Am.Seram.Soc., 18, January 1935. pp. 1-5.

"A LITERATURE SURVEY ON THE MEASUREMENT OF THERMAL CONDUCTIVITY OF SEVERAL SOLIDS INCLUDING URANIUM DIOXIDE". Ross, A.M. CRFD-762, March 1958.

"EXPERIMENTS USING A SIMPLE THERMAL COMPARATOR FOR MEASUREMENT OF THERMAL CONDUCTIVITY, SURFACE ROUGHNESS, AND THICKNESS OF FOILS OR OF SURFACE DEPOSITS". Powell, R.W. J.Of.Sci.Instr., 34, December 1957. pp. 485-492.

"THEORY OF THIN - SECTION ANALYSIS". J.Geol. Ceram. abs 1957, September, p. 219a, 62 (1) 92-101 (1954).

"TEST OF PRECISION OF THIN-SECTION ANALYSIS BY POINT COUNTER". Am. Mineralogist, 36, 704-712 (1951).

"GRINDING WHEEL POTENTIAL TODAY". John A. Mueller.  
Grinding and Finishing, 9 (4) 30-33 (1963).

"HOW FORTUNE INDUSTRIES MANUFACTURES CERAMIC  
WHITEWARE ABRASIVES PRODUCTS". George L. Vincent. Ceramic  
Ind. 79 (4) 60-62 (1962) 5 figs.

"ABRASIVE MATERIALS". Henry P. Chandler and Annie  
L. Marks. U.S. Bur Mines Minerals Yearbook, 1952, 16 pp.

"GRINDING WHEEL MANUFACTURE IN GERMANY". E.D. Teague  
and Others (1946). British Intelligence objectives subcommite,  
London.

"MANUFACTURA DE DISCOS ABRASIVOS; ANALISIS DE DISCOS  
ABRASIVOS". Miklos Moser. 9899 d/62 Chem. Abs.

"HERRAMIENTAS PARA DESGASTE". I.I. Kitaigorodskii,  
G.A. Meerson y A.I. Rekov. URSS. 71, 679, Nov. 22, 1958.  
Patente.

"CERAMIC GRINDING WHEEL FOR INDUSTRIES". Alfred  
Schneider, Tonind, Zrd, U.Keram. Rundschan. 85, 417-425  
(1961).

"ETUDE DE L'HOMOGENEITE DE PRESSAGE DES CARREAUX DE  
GRES". P. Draignaud. Bull Soc. Française de Ceramique.  
nº. 56. Juillet - Sep. 1962, pag. 33.

"QUANTITATIVE METALLOGRAPHY BY POINT COUNTING AND  
LINEAR ANALYSIS". Am.Inst.Mining Met. Engre. 172, 413-426  
(1947).

"DISPOSITIF ET RESULTS D'UN APPAREIL POUR ESSAIS DES  
PRODUITS CERAMIQUES A LA FLEXION". J.Tuleff. Bull. Soc.  
Française de Ceramique. Vol. 37, pag. 119. Oct-Dec. 1957.

"APPLICATION DES METHODES STATISQUES A L'ETUDE DE LA  
RESISTENCE MECANIQUE DE PRODUITS REFRACTAIRES". C.Deplus.  
Bulll Soc. Française de Ceramique. Avril-Juin 1958. No. 39,  
pag. 111.