

UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA
SANTIAGO-CHILE



SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS
POROSAS DE Cu-Ni-Al MEDIANTE FAST/SPS PARA
PLANTAS CONCENTRADORAS SOLARES
TÉRMICAS

Klauss Eder Gerlach Reyes

MEMORIA DE TITULACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL
MECÁNICO

Profesor Guía: Dr. Ing. Sheila Lascano Farak

Profesor Co-referente: Dr Ing. Mamié Sancy Velasquez

junio de 2025

Agradecimientos

En primer lugar, deseo expresar mi más profundo agradecimiento a mis padres, María Teresa Reyes y Enrique Gerlach, por su inquebrantable apoyo y por permitirme dedicarme a mis estudios a lo largo de todos estos años. Su constante respaldo ha sido fundamental para seguir adelante en este camino académico. De igual manera, quiero agradecer a mi hermana, Francisca Gerlach, por ser una compañera excepcional y por brindarme su invaluable consejo y apoyo con empatía y cariño en todo momento.

También quiero extender mi gratitud a mi profesora guía y mi profesora co-referente, Sheila Lascano y Mamie Sancy, cuya confianza en mí fue fundamental para emprender y concluir este proyecto de título. Sus orientaciones u directrices fueron esenciales en cada etapa del proceso. Asimismo, agradezco de corazón a Ricardo Chávez por su constante enseñanza, consejos y disposición para resolver cualquier dificultad o inconveniente que se presentara durante esta travesía académica. De la misma forma, agradecer a Carlos Sepúlveda, quien me guio y ayudo durante todo el proceso d.

A Gabriel Cornejo, quien puso a disposición su tiempo en momentos críticos y con quien pudimos realizar compactaciones de muestras en tiempos sumamente acotados. A Mauricio Reyes, con quien compartimos múltiples jornadas en el laboratorio. A Sergio Saucedo, quien fue fundamental para realizar la molienda de polvos, además de siempre aportar con su buen sentido del humor.

A Javiera Valencia, le agradezco enormemente por su apoyo constante durante este proyecto. En los momentos más complejos, su presencia y ánimo fueron un verdadero sostén para mí. Estuvo ahí para escucharme, animarme y mantenerme sereno cuando las cosas se pusieron complejas. Su comprensión y paciencia fueron cruciales para mantenerme equilibrado y enfocado en los objetivos.

Por último, quiero expresar mi sincero agradecimiento a mis amigos Benjamín Marambio, Laura Rodríguez, Catalina Martínez, María Paz Ramírez, Víctor Smith y Nicolás Baros. Su compañerismo y afecto ha sido un pilar importantísimo a lo largo de este camino, brindándome su apoyo en los momentos buenos y en los desafiantes. Gracias a todos por estar siempre ahí.

Resumen

Durante el desarrollo de este proyecto de título se investigó la factibilidad de uso de estructuras de aleaciones NAB fabricadas mediante FAST/SPS para su uso en sistemas de almacenamiento de energía en plantas concentradoras solares.

Para esto, se intentó fabricar un primer conjunto de estructuras porosas haciendo uso de la técnica de espaciadores temporales, utilizando carbonato de amonio como espaciador. Estos se intentaron realizar con una proporción de 20, 40 y 60% de espaciador (en volumen). Estas muestras no pudieron ser sinterizadas de manera exitosa, ya que, al momento de remover el espaciador mediante ciclos de calor, estas se degradaron y perdieron completamente la forma.

El segundo conjunto de muestras consistió en la misma aleación, pero sin porosidad. Estas muestras se compactaron a 1129 y 800 MPa, y fueron sinterizadas a 850°C durante 5 minutos.

Teniendo muestras sinterizadas, se realizó la caracterización de dichas muestras, determinando parámetros como la porosidad, la distancia media entre poros y el factor de forma.

Posteriormente se realizaron pruebas de corrosión de estas muestras, exponiéndolas a escoria de cobre durante 3 y 10 días. Estos ciclos de exposición constaron de 5 horas de calentamiento a 700°C y luego 19 horas de horno apagado.

De los últimos estudios, se pudo obtener un valor cuantitativo de las velocidades de corrosión de las estructuras NAB fabricadas mediante FAST/SPS, resultando considerablemente menor que la del acero inoxidable, pero con una tendencia al alza con el aumento de los ciclos de exposición.

Abstract

During the development of this thesis project, the feasibility of using NAB alloy structures manufactured through FAST/SPS for energy storage systems in solar concentrator plants was investigated.

To achieve this, an initial set of porous structures was attempted using the temporary spacers technique, with ammonium carbonate as the spacer. These were prepared with a proportion of 20%, 40%, and 60% spacer (by volume). However, these samples could not be successfully sintered, as they degraded and completely lost their shape when the spacer was removed through heat cycles.

The second set of samples consisted of the same alloy, but without porosity. These samples were compacted at 1129 and 800 MPa and then sintered at 850°C for 5 minutes.

Once the samples were sintered, they were characterized by determining parameters such as porosity, average pore distance, and shape factor.

Subsequently, corrosion tests were conducted on these samples by exposing them to copper slag for 3 and 10 days. These exposure cycles consisted of 5 hours of heating at 700°C followed by 19 hours with the furnace off.

From the final studies, a quantitative value for the corrosion rates of the NAB structures manufactured through FAST/SPS was obtained, which resulted in significantly lower values compared to stainless steel, though with an upward trend as exposure cycles increased.

Glosario

CSP: Concentrated Solar Power.

PTC: Parabolic Trough Collectors

STC: Solar Tower Collectors

LFR: Linear Fresnel Reflectors

PDC: Parabolic Dish Collectors

STES: Solar Thermal Energy Storage

PM: Pulvimetalurgia o Metalurgia de Polvos.

FAST/SPS: Field Assisted Sintering Technique/Spark Plasma Sintering.

NAB: Aleación de bronce, níquel y aluminio.

Muestra/Pieza en Verde: Muestra compactada en frío con suficiente resistencia para su manipulación.

Porosidad: Propiedad de un material vinculada a los espacios vacíos dispuestos en su superficie o estructura.

Higroscopicidad: capacidad que tiene un material de absorber agua en forma de vapor.

SEM: Microscopía electrónica de barrido.

DRX: Difracción de rayos X.

Tabla de contenido

1	Introducción	1
2	Objetivos	3
2.1	Objetivo General	3
2.2	Objetivos Específicos	3
3	Marco Teórico	4
3.1	Plantas de Concentración Solar	4
3.1.1	Recurso Solar	4
3.1.2	Principio de Funcionamiento.....	4
3.1.3	Tipos de CSP	5
3.1.4	Condiciones de Funcionamiento	9
3.1.5	Tecnologías de Almacenamiento de Energía Térmica (STES)	10
3.1.6	Materiales Utilizados en STES.....	11
3.2	Escoria de Cobre	12
3.2.1	Pirometalurgia de Cobre.....	13
3.2.2	Composición.....	13
3.2.3	Usos industriales.....	13
3.3	Estructuras metálicas porosas	14
3.3.1	Clasificación y características de las estructuras metálicas porosas.....	14
3.3.2	Caracterización de estructuras metálicas porosas.....	15
3.3.3	Aplicaciones	17
3.3.4	Manufactura de estructuras metálicas porosas	18
3.4	Metalurgia de Polvos	19
3.4.1	Procedimiento en la Metalurgia de Polvos	20
3.4.2	Ventajas de la Metalurgia de Polvos	22
3.4.3	Desventajas de la Metalurgia de Polvos	22
3.4.4	Técnica Space Holder.....	23
3.4.5	Geometría de Polvos.....	24
3.5	Field Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering	25
3.5.1	Ventajas del FAST/SPS.....	25
3.5.2	Principio de funcionamiento.....	25
3.5.3	Condiciones de Sinterizado en FAST/SPS	26
3.6	Aleaciones NAB	27
3.6.1	Composiciones	27

3.6.2	Aplicaciones	29
3.7	Investigaciones de aleaciones NAB mediante FAST/SPS.....	29
4	Materiales y Procedimiento Experimental	35
4.1	Materiales	35
4.1.1	Polvos Metálicos	35
4.1.2	Carbonato de Amonio (Espaciador)	35
4.1.3	Escoria de Cobre.....	35
4.2	Procedimiento Experimental.....	36
4.2.1	Molienda de polvos	36
4.2.2	Caracterización de polvos.....	37
4.2.3	Tamizado de Carbonato de Amonio.....	37
4.2.4	Homogenización de mezcla.....	38
4.2.5	Compactación uniaxial	39
4.2.6	Remoción del espaciador.....	42
4.2.7	Sinterización FAST/SPS	42
4.2.8	Ensayo de Arquímedes	45
4.2.9	Preparación metalográfica	47
4.2.10	Microscopia óptica	49
4.2.11	Microscopia electrónica de barrido	50
4.2.12	Análisis de Imagen.....	50
4.2.13	Gravimetría	51
5	Resultados y Discusión	54
5.1	Caracterización de Polvos.....	54
5.2	Compactación Uniaxial.....	55
5.2.1	Compactación polvos esféricos	55
5.2.2	Compactación polvos molidos	56
5.3	Remoción de Espaciador	57
5.3.1	Remoción a 60°C.....	57
5.3.2	Remoción a 40°C.....	58
5.4	Sinterización FAST/SPS.....	59
5.4.1	Sinterización de Polvos	59
5.4.2	Sinterización de muestra pre-compactada sin espaciador	60
5.4.3	Sinterización de pre-compactos porosos	60
5.5	Ensayo de Arquímedes	62
5.6	Preparación Metalográfica.....	64

5.6.1	Corte	64
5.6.2	Pulido.....	65
5.7	Microscopía Óptica.....	66
5.8	Microscopía Electrónica de Barrido	67
5.8.1	Muestra A1	67
5.9	Análisis de Imagen.....	68
5.9.1	Porosidad.....	69
5.9.2	Diámetro equivalente.....	69
5.9.3	Factor de forma.....	69
5.9.4	Distancia media entre poros	69
5.9.5	Distribución de tamaño de poro	70
5.10	Gravimetría	72
5.10.1	Decapado Inicial	72
5.10.2	Exposición a escoria de cobre con temperatura	73
5.10.3	Decapado posterior a exposición	74
5.10.4	Pérdida de masa y velocidad de corrosión	75
6	Conclusiones	79
7	Referencias.....	81
8	Anexo A	86
9	Anexo B	88
10	Anexo C	89
11	Anexo D	91

Lista de Figuras

Figura 3-1. Sección transversal de una PTC mostrando el punto focal [8].	5
Figura 3-2. Esquema de geometría en PTC en tres ejes [8].	5
Figura 3-3. Instalación de colector cilindro parabólico [8].	6
Figura 3-4. Esquema de HFR [8].	6
Figura 3-5. Instalación de Planta Termo solar Cerro Dominador, Chile [20].	7
Figura 3-6. Sección transversal de LFR con radiación perpendicular [8].	7
Figura 3-7. Esquema de LFC isométrico [8].	8
Figura 3-8. Instalación industrial de LFR, España [8].	8
Figura 3-9. Esquema de un PDC [8].	9
Figura 3-10. Instalación de PDC con 17 metros de diámetro [8].	9
Figura 3-11. Categorización de sistemas de almacenamiento de energía solar térmica [10].	10
Figura 3-12. Estructura porosa. a) poro cerrado, b,c,d,e,f) poros abierto, b,f) poros sin salida g) rugosidad [54].	14
Figura 3-13. Aplicaciones de las estructuras metálicas porosas según la apertura de sus poros (morfología)[55].	17
Figura 3-14. Etapas del proceso de la metalurgia de polvos [63].	19
Figura 3-15. 1) Llenado de matriz con polvos metálicos. 2) Posición inicial de los punzones previo a la compactación. 3) Posición final de los punzones posterior a la compactación. 4) Retiro de la pieza compactada de la matriz [62].	21
Figura 3-16. Efecto de la presión aplicada durante la compactación. a) polvos sueltos iniciales (1), re-empaqueamiento (2) y deformación de las partículas (3). b) densidad de los polvos en función de la presión aplicada [62].	21
Figura 3-17. 1) Puntos de contacto entre partículas. 2) Cuellos de sinterizado. 3) Porosidad entre las partículas. 4) Deformación de partículas y disminución de tamaño de poro [62].	22
Figura 3-18. Esquema de pasos a seguir para técnica de Space Holder [66].	23
Figura 3-19. Malla de criba para seleccionar tamaños de partícula [62].	25
Figura 3-20. Esquema de elementos de un equipo FATS/SPS [70].	26
Figura 3-21. Micrografía SEM de las aleaciones NAB sinterizadas con aluminio (a) 6wt.%, (b) 8wt.% y (c) 10wt.%. [75].	29
Figura 3-22. Resultados DRX de muestras NAB fabricadas [75].	30
Figura 3-23. Densidad relativa y microdureza de las muestras NAB fabricadas [75].	31
Figura 3-24. Evolución de patrones de DRX de muestras NAB sinterizadas a 600, 650, 700 y 750°C. El recuadro muestra el desdoblamiento del peak Fe ₃ Al a diferentes temperaturas de sinterizado [81].	32
Figura 3-25. Curvas representativas (a) de compresión y (b) de tensión-deformación de NAB-600 y NAB-750[81].	32
Figura 3-26. Evolución de coeficientes de fricción de NAB-600, NAB-700 y NAB-750 en función de los ciclos de rozamiento ensayados con cargas de contacto de (a) 43, (b) 86 y (c) 106 N [81].	33
Figura 3-27. (a) Volumen de desgaste de NAB-600, NAB-700 y NAB-750 ensayados a 43, 86 y 106 N; (b y c) huellas de desgaste en muestras de NAB-600 y NAB-750 a 106 N; (d) volumen de desgaste en función de la energía disipada para aleaciones NAB [81].	34
Figura 4-1. Carbonato de amonio marca Loba Chemie.	35
Figura 4-2. Molino Planetario Retsch PM100 [82].	36
Figura 4-3. Tamizador vibratorio marca Gilson modelo III SS-3 [83].	37
Figura 4-4. Arreglo de tamices para obtención de carbonato de amonio.	38
Figura 4-5. Túrbula System Schatz tipo T2F [84].	39

Figura 4-6. Prensa hidráulica marca Across International modelo MP24A.....	40
Figura 4-7. Máquina de ensayo Zwick/Roell Z100.....	41
Figura 4-8. Prensa hidráulica manual marca Profi Press modelo 30 ton HF-2.	41
Figura 4-9. Estufa universal Memmert modelo UN55 [85].	42
Figura 4-10. Spark Plasma Sintering marca FCT Systeme GmbH HP D 10.	43
Figura 4-11. (a) componentes de matriz de grafito de 10 mm (b) matriz de grafito de 10 mm armada.	43
Figura 4-12. (a) componentes de matriz pressureless (b) armado de matriz pressureless (c) armado final matriz sin presión.....	44
Figura 4-13. Curva de sinterizado para muestras de Cu-Ni-Al porosas.....	44
Figura 4-14. Arreglo para calentamiento de muestras sumergidas en agua destilada.	45
Figura 4-15. Arreglo de termómetro para calentamiento de muestras en agua destilada.....	46
Figura 4-16. Arreglo para ensayo de Arquímedes (1) esquema según norma [56] (2) arreglo realizado en laboratorio.	46
Figura 4-17. Máquina de corte modelo MECATOME T210 marca PRESI [86].....	47
Figura 4-18. Seccionadora de precisión marca BUEHLER modelo IsoMet Low Speed, utilizada para el corte de muestras de 10 mm.	48
Figura 4-19. Lubricante marca BUEHLER modelo Cool 3, utilizado para el corte de muestras de 10 mm.	48
Figura 4-20. Pulidora semiautomática marca BUEHLER modelo ECOMET 30.	49
Figura 4-21. Microscopio invertido marca Nikon Modelo Eclipse LV100ND.....	50
Figura 4-22. Ejemplo de imagen y líneas trazadas para análisis de contigüidad.	51
Figura 4-23. (a) Mufla marca Legrandtherm modelo LT41150, utilizado para realizar ensayo de corrosión a muestras NAB y (b) muestras dispuestas dentro de la mufla.	53
Figura 5-1. Imagen SEM de polvos comerciales con aumento de a) 650X y b) 2000X.	54
Figura 5-2. Imagen SEM de polvos molidos con aumento de a) 100X y b) 300X.	55
Figura 5-3. Compactación de aleación NAB esféricos (a) 835MPa y (b) 909 MPa.	56
Figura 5-4. Pre-compactación de muestra A1 con polvos molidos a 1129 MPa.....	57
Figura 5-5. Muestra (a) A2 de 20%, (b) A3 de 40% y (c) A4 de 60% de espaciador después del ciclo de remoción de espaciador a 60°C.	58
Figura 5-6. Muestra M3 de 40% de espaciador después del ciclo de remoción de espaciador a 40°C.	59
Figura 5-7. Muestras B2 sinterizada.	60
Figura 5-8. Muestra A1 sinterizada a 850°C en matriz sin presión.	60
Figura 5-9. a) Muestra M1 y b) muestra M2 sinterizadas a 850°C en matriz con presión.....	61
Figura 5-10. Interior de matriz pressureless después de haber sinterizado la muestra M2 a 850°C.	62
Figura 5-11. Gráfico de densidad aparente mediante ensayo de Arquímedes de muestras sinterizadas.	63
Figura 5-12. Gráfico de densificación mediante ensayo de Arquímedes de muestras sinterizadas. .	63
Figura 5-13. Gráfico de porosidad interconectada mediante ensayo de Arquímedes de muestras sinterizadas.	64
Figura 5-14. Muestra B2 cortada en láminas de 2-3mm.	65
Figura 5-15. Muestra A1 cortada en láminas de 1,5 milímetros de espesor.	65
Figura 5-16. Muestra B1 pulida por cara superior.	66
Figura 5-17. Muestra A1 pulida.	66
Figura 5-18. Microscopía óptica muestra A1 con objetivo de (a) 5X, (b) 10X, (c) 20X y (d) 50X..	67
Figura 5-19. SEM muestra A1 a (a) 500X, (b) 130X, (c) 120X y (d) 200X.	68

Figura 5-20. Histograma de la distribución de poros en muestra A1.....	70
Figura 6-1. Organización de muestras previo a decapado inicial.....	73
Figura 6-2. Muestra enterrada parcialmente inicialmente de forma vertical.....	73
Figura 6-3. Muestra enterrada completamente.....	73
Figura 6-4. Crisoles con muestras enterradas en escoria de cobre dentro del horno.....	74
Figura 6-5. Estado muestras después de la exposición a escoria de cobre de 3 ciclos.....	74
Figura 6-6. Gráfico de pérdida de masa de NAB, acero al carbono y acero inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.....	77
Figura 6-7. Gráfico de velocidad de corrosión de NAB, acero al carbono y acero inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.	77
Figura 6-8. Gráfico de velocidad de corrosión de muestras NAB expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.	78
Figura 9-1. Esquema de esfuerzo en la compactación de polvos.	86
Figura 10-1. Curvas de compresión de muestras porosas NAB.	88

Lista de Tablas

Tabla 3-1. Condiciones de funcionamiento de plantas concentradoras solares [10].	9
Tabla 3-2. Materiales utilizado como espaciadores [65].	24
Tabla 3-3. Propiedades del aluminio y sus aleaciones [78].	28
Tabla 3-4. Composición elemental de las muestras fabricadas y tamaño de partícula de cada elemento [75].	29
Tabla 3-5. Resultados EDS que muestra la composición de las fases intermetálicas ricas en níquel [75].	30
Tabla 4-1. Características de componentes para aleación de Cu-Ni-Al.	35
Tabla 4-2. Parámetros de molienda de polvos metálicos.	36
Tabla 5-1. Resumen con parámetros de muestras fabricadas correctamente.	54
Tabla 5-2. Datos obtenidos de ensayo de Arquímedes realizado a muestras sinterizadas correctamente.	62
Tabla 5-3. Resumen de parámetros obtenidos mediante análisis de imagen para muestra A1.	68
Tabla 6-1. Cálculo de áreas de muestras cortadas para gravimetría.	72
Tabla 6-2. Resumen de porcentajes de pérdidas de masa para muestras NAB, Acero al Carbono y Acero Inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.	75
Tabla 6-3. Resumen de velocidades de corrosión para muestras NAB, Acero al Carbono y Acero Inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.	75
Tabla 10-1. Resumen de muestras.	89
Tabla 12-1. Desglose de tamaño de poros por cada clase y frecuencia acumulada para la muestra A1.	90

1 Introducción

En la actualidad, el mundo enfrenta un reto sin precedentes debido al cambio climático acelerado [1], cuyos efectos sobre el medio ambiente y la salud son cada vez más evidentes. La emisión de gases de efecto invernadero, la contaminación del aire y la degradación del entorno natural representan algunas de las consecuencias más alarmantes de este modelo energético predominante. Si bien, los combustibles fósiles han sido esenciales para el desarrollo global, su uso debe transitar hacia formas más sostenibles que minimicen su impacto ambiental y favorezcan la transición a fuentes de energía renovable para garantizar un sistema energético sostenible [2].

Dentro de este aspecto, los combustibles fósiles son los mayores causantes del cambio climático, siendo responsables del 75% del total de las emisiones de gases de efecto invernadero a nivel global, además de representar cerca del 90% de todas las emisiones de dióxido de carbono en esta misma escala. Por otra parte, dichos combustibles dan cuenta todavía de más del 80% de la producción de energía en todo el mundo [3].

Ahora, viendo el panorama a largo plazo, la demanda mundial de energía crecerá a una tasa del orden de 1,8% anual. También se espera que para el 2030 el 90% de la energía mundial provenga de combustibles fósiles, en donde un 34% sería correspondiente al petróleo y un 28% al carbón [4]. Ante este panorama, resulta imperativa la búsqueda de alternativas sostenibles y limpias para satisfacer las crecientes demandas energéticas a nivel mundial.

Pese a todo lo anterior, el panorama no es del todo desalentador, ya que en la actualidad existen diferentes tecnologías que hacen posible la generación de energía de forma masiva y sin las consecuencias negativas que presentan los combustibles fósiles. Es en este punto en donde resaltan las energías renovables, las cuales se caracterizan por una baja o nula emisión de contaminantes o gases de efecto invernadero. Cabe señalar que actualmente, cerca del 30% de la energía eléctrica a nivel mundial proviene de energías renovables [3]. Además, las inversiones en energías limpias han aumentado un 30% desde el 2020 [5].

Dentro de estas energías renovables, se encuentran las energías aportadas por el sol, el viento, el agua, los residuos o el mismo calor de la tierra [3]. Dentro de los beneficios de estas energías se encuentra el hecho de que están en la naturaleza, son gratuitas, abundantes y normalmente están disponibles en lugares remotos [6].

Siendo más específicos, la energía solar térmica es la transformación de la radiación solar en calor, la cual puede ser aprovechada para calentar agua de uso doméstico o también para producir energía mecánica mediante un ciclo termodinámico [7]. Esto se hace mediante el uso de espejos o lentes, los que concentran la radiación solar en un punto específico, permitiendo así calentar el fluido de trabajo a altas temperaturas.

Ahora bien, en cuanto al uso de estas tecnologías, para el año 2022, las Plantas de Concentración Solar (CSP) representaron el 11% del total de la energía eléctrica a nivel internacional, según la Agencia Internacional de Energía [8] y a nivel nacional aportó un total de 100 MW al Sistema Eléctrico Nacional (SEN) en el año 2020 [9], dando un claro indicio del uso de estas tecnologías tanto a nivel nacional como internacional.

Sin embargo, aunque la energía solar térmica puede satisfacer la demanda de calor de los procesos industriales, puede haber una incoherencia debido a la naturaleza intermitente de la energía solar. Dicha incoherencia puede darse entre la demanda de calor y la energía suministrada por las

radiaciones solares térmicas. Una de las posibles soluciones para que el sistema sea coherente es el sistema de almacenamiento de energía solar térmica (STES) [10]. Estos sistemas se basan en el calentamiento de algún material en periodos de alta radiación, absorbiendo calor, el cual es liberado posteriormente en periodos de baja radiación, suministrando así energía al sistema.

Lamentablemente, los componentes utilizados en las CSP con STES están en contacto directo con sales fundidas (cañerías, ductos, bombas, intercambiadores de calor o tanques de almacenamiento), lo que sumado a las altas temperaturas de operación, genera un alto riesgo de fallas catastróficas debido a la corrosión [11]. Estos componentes suelen estar confeccionados con aceros estructurales, como el ASTM A36, o para el caso de piezas mecanizadas, SAE 1020/SAE 1045, los cuales deben cumplir requisitos específicos de resistencia mecánica y tolerancia a la corrosión. Este es el caso de la planta Cerro Dominador en Chile, la cual en mayo del 2023 dejó de operar debido a problemas en los estanques, específicamente en las paredes y los suelos [12]. Por ello se hace necesario buscar alternativas de materiales con mayor resistencia a la corrosión y a las altas temperaturas, que puedan extender la vida útil de estos equipos y reducir el riesgo de falla.

En particular, las aleaciones NAB son aleaciones que típicamente contienen 9-12wt. % de aluminio, 6wt. % de níquel y hierro. Estas son utilizadas ampliamente en la industria marina para la fabricación de propulsores de barcos, bombas y válvulas. Esta aleación de elementos tiene la particularidad de contar con una combinación de propiedades mecánicas y una resistencia a la corrosión particulares [13].

Es por su resistencia a la corrosión, su alta conductividad eléctrica y buena capacidad para el intercambio iónico que se convierten en fuertes candidatas para su uso en componentes utilizados en CSP que están en contacto directo con materiales corrosivos.

El presente trabajo de título busca fabricar a escala laboratorio y estudiar estructuras compuestas por aleaciones de bronce, níquel y aluminio. En este caso se utiliza la tecnología de Spark Plasma Sintering para la fabricación de las estructuras, la cual permite disminuir los tiempos de sinterizado en comparación a técnicas de sinterizado convencional, además de ser una tecnología prometedora en cuanto a las propiedades de resistencia mecánica. Todas las muestras llevadas a cabo de manera satisfactoria se caracterizan, además de estudiar su resistencia a la corrosión expuestas a escoria de cobre y temperatura.

2 Objetivos

2.1 Objetivo General

Desarrollar un protocolo de fabricación de aleación de Cu-Ni-Al mediante sinterización FAST/SPS para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica de Plantas Concentradoras Solares Térmicas.

2.2 Objetivos Específicos

- Determinar los parámetros de fabricación de muestras porosas Cu-Ni-Al mediante FAST/SPS.
- Obtener muestras de Cu-Ni-Al mediante FAST/SPS.
- Evaluar los efectos de los parámetros de procesamiento sobre las propiedades físicas, mecánicas y la microestructura de las muestras obtenidas.
- Estudiar los efectos de corrosión sobre muestras de Cu-Ni-Al expuestos a escoria de cobre.
- Proponer una ruta de fabricación de muestras de Cu-Ni-Al-Fe mediante FAST/SPS para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica de Plantas Concentradoras Solares Térmicas.

3 Marco Teórico

En este capítulo, se presenta el marco teórico en el cual se sustenta el presente proyecto de título, proporcionando una base conceptual sobre la cual se fundamentará el estudio. Dicho marco teórico abordará las diferentes tecnologías involucradas, conceptos relevantes y estado actual de investigaciones relacionadas.

3.1 Plantas de Concentración Solar

Las Plantas Concentradoras Solares (o CSP por sus siglas en inglés) son sistemas avanzados que aprovechan la energía solar concentrando la luz solar mediante espejos o lentes para generar altas temperaturas para la producción de electricidad. Estas centrales utilizan diversas tecnologías, como Colectores Cilindro Parabólicos, Torres de Energía, sistemas de discos o Reflectores Lineales Fresnel [14, 15].

A menudo estas tecnologías incorporan sistemas de almacenamiento de energía térmica, como sales fundidas, para mejorar los problemas de intermitencia y la eficiencia global [16]. Al funcionar a altas temperaturas, estas centrales pueden alcanzar una mayor eficiencia termodinámica, lo que las convierte en un componente clave en la transición hacia fuentes de energías ecológicas [15, 17].

3.1.1 Recurso Solar

La radiación solar es el conjunto de radiaciones electromagnéticas emitidas por el sol, producto de las reacciones de fusión que se generan, liberando grandes cantidades de energía. [18]

La magnitud que mide la radiación es la irradiancia, la cual mide la potencia que por unidad de superficie alcanza la tierra. Su unidad en el sistema internacional es W/m^2 .

- **Radiación directa:** Corresponde a la radiación que llega directamente del sol sin haber sufrido cambios en su dirección en su paso por la atmósfera. Dentro de las radiaciones solares, es la de mayor intensidad y, por ende, la que tiene más peso a la hora de tecnologías de concentración. Dentro de la irradiación directa, existen dos tipos.
 - **Radiación directa normal:** Es la radiación directa que llega en la misma dirección del rayo incidente.
 - **Radiación directa horizontal:** Es la radiación directa que llega a una superficie horizontal.
- **Radiación difusa:** Corresponde a la radiación que se recibe del sol, después de ser desviada en la atmósfera, es la que se recibe a través de nubes y del cielo azul.
- **Radiación reflejada:** Corresponde a la radiación directa y difusa que se recibe por reflexión en el suelo u otras superficies próximas.
- **Radiación global:** Corresponde a la suma de las radiaciones directa, difusa y reflejada sobre la misma superficie.

3.1.2 Principio de Funcionamiento

Los colectores solares concentradores se caracterizan por tener un área de absorción de energía considerablemente menor al área de incidencia de energía. Esto permite que la densidad de energía aumente y disminuyan las pérdidas térmicas. Para realizar esto, se debe hacer uso de un dispositivo óptico que concentre la radiación, los cuales suelen ser espejos o lentes.

Un parámetro importante en dichos concentradores es la relación de concentración, la cual entrega una relación entre el área de incidencia (área en donde se recibe directamente la radiación solar) y el área de absorción (área en donde se aprovecha dicha radiación solar).

$$C = \frac{A_a}{A_r} \quad (1)$$

Donde, A_a corresponde a el área incidencia y A_r es el área absorción.

3.1.3 Tipos de CSP

A continuación, se explorarán los diversos tipos de configuraciones utilizados en CSP, los cuales son sistemas avanzados que aprovechan la radiación solar para generar energía térmica de manera eficiente. Estas instalaciones se caracterizan por la capacidad de concentrar la luz utilizando elementos como espejos parabólicos, torres solares, discos parabólicos, etc.

Colector Cilindro-Parabólico (PTC)

Los Colectores Cilindro Parabólico o PTC por sus siglas en inglés (Parabolic Trough Collector) se llaman así debido a su particular forma, la cual asemeja una parábola en su sección transversal como se muestra en la Figura 3-1 y de forma isométrica en la Figura 3-1. Esta sección parabólica está fabricada de un material que refleja la radiación, dirigiendo y concentrándola completamente en la línea focal debido a las propiedades geométricas de la parábola [10].

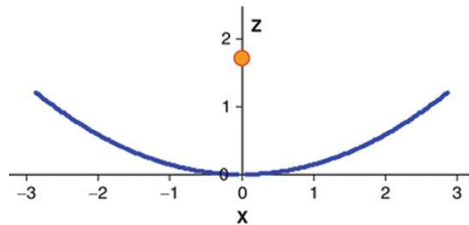


Figura 3-1. Sección transversal de una PTC mostrando el punto focal [8].

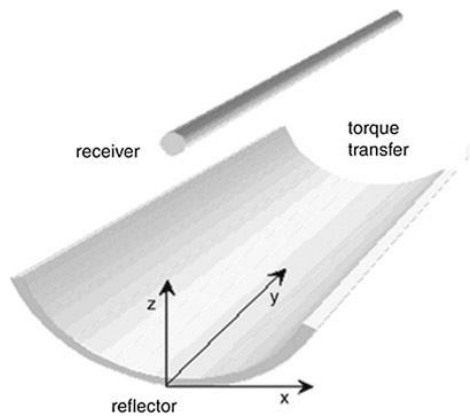


Figura 3-2. Esquema de geometría en PTC en tres ejes [8].

Esta línea focal normalmente es un tubo de vidrio cubierto por un metal negro absorbente, el cual permite la absorción de la radiación en esta área, elevando así la temperatura del fluido de trabajo que pasa a través de dicha línea focal [10].

Normalmente para este tipo de colectores se utilizan mecanismos de seguimiento, los cuales varían la inclinación de sistema, permitiendo así un control de la radiación incidente en el colector. Además de servir para aprovechar de mejor manera el recurso solar, estos sistemas de seguimiento permiten

proteger el equipo de condiciones ambientales peligrosas como lo son el sobrecalentamiento, el viento, el polvo, etc. [10]. Estos colectores se ubican en líneas dispuestas unas detrás de la otra, como se puede apreciar en la Figura 3-3.



Figura 3-3. Instalación de colector cilindro parabólico [8].

Los colectores cilindro parabólicos solo captan la radiación directa, siendo una gran desventaja en días con nubosidad [10].

Colectores de Torre Solar (HFR)

Los Colectores de Torre Solar o HFR por sus siglas en inglés (Heliostat Field Reflector), son sistemas en los cuales múltiples heliostatos son dispuestos de forma que reflejen la radiación incidente a un punto en común, logrando así un aumento de la temperatura de dicho punto. Dicha disposición se puede apreciar en la Figura 3-4 y la Figura 3-5. Los heliostatos, equipados con espejos ajustables, siguen la posición del sol de forma autónoma para maximizar el flujo solar hacia el receptor [19]. Con este tipo de instalaciones, se pueden alcanzar altas temperaturas, las cuales se pueden aprovechar para el calentamiento de agua o vapor, el cual se aprovecha para la generación de electricidad mediante turbinas [10].

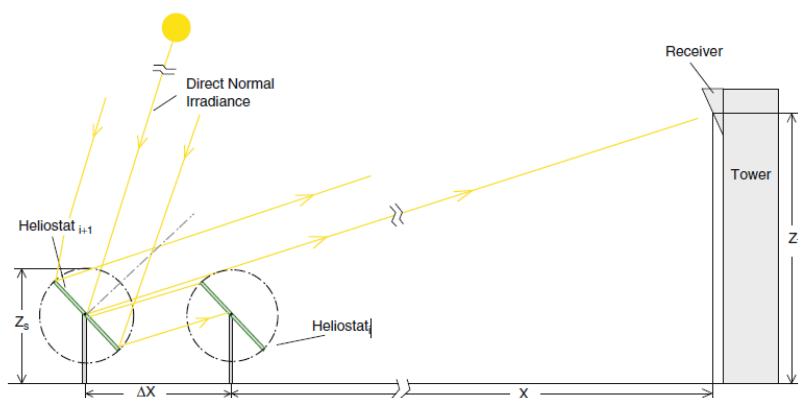


Figura 3-4. Esquema de HFR [8].



Figura 3-5. Instalación de Planta Termo solar Cerro Dominador, Chile [20].

Se han explorado innovaciones como las configuraciones de heliostatos agrupados, que utilizan componentes compartidos para reducir costos, con el fin de mejorar la eficiencia y la estabilidad del sistema en condiciones variables, como vientos fuertes [21]. Además, se han desarrollado avances en el diseño de heliostatos, como la integración de espejos de condensación y proyección con sistemas de control precisos, para mejorar significativamente los índices de captación de energía solar [22]. Estos avances pretenden optimizar el rendimiento y la rentabilidad de los colectores de campo de heliostatos en los sistemas HFR.

Reflectores Lineales de Fresnel (LFR)

Los Reflectores Lineales de Fresnel o LFR por sus siglas en inglés (Linear Fresnel Reflector) son colectores solares sencillos, similares a los PTC, ya que utilizan el mismo principio de concentrar la energía solar en una línea focal, pero no de la misma forma. A diferencia de los PTC, los cuales utilizan una superficie continua en forma de parábola, los LFR cuentan con múltiples secciones planas, las cuales reflejan y concentran la energía en la línea focal [10]. La forma en la que se generan estas secciones planas se puede visualizar en la Figura 3-6.

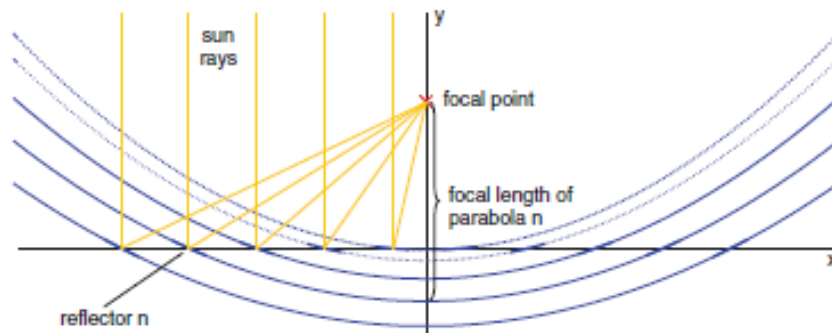


Figura 3-6. Sección transversal de LFR con radiación perpendicular [8].

Por otra parte, se puede apreciar en la Figura 3-7 la forma en la que se disponen los reflectores, para dirigir la energía a la línea focal, y ya en una aplicación industrial en la Figura 3-8.

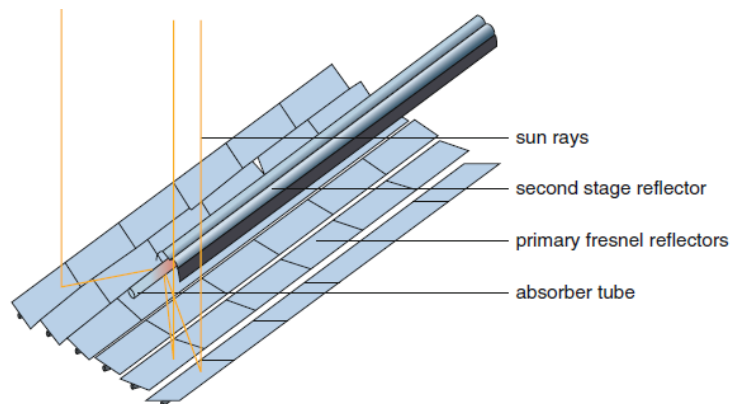


Figura 3-7. Esquema de LFC isométrico [8].



Figura 3-8. Instalación industrial de LFR, España [8].

Los colectores lineales Fresnel (LFC) suelen emplear un sistema de seguimiento de un eje [23, 24]. Este sistema de seguimiento permite a los colectores seguir la trayectoria del sol a lo largo de un eje, optimizando la absorción de energía solar a lo largo del día. Además, algunos sistemas LFC incorporan un mecanismo de seguimiento bidireccional uniaxial, que permite a la lente Fresnel seguir el sol axialmente y ajustarse verticalmente para compensar los cambios de distancia focal, mejorando la eficiencia de la captación de energía solar [24]. El uso del seguimiento de un solo eje en los sistemas LFC es ventajoso para mantener la rentabilidad y la simplicidad, lo que los hace adecuados para plantas de energía solar concentrada (CSP) a pequeña escala, especialmente en zonas rurales como la región subsahariana [23]. El sistema de seguimiento desempeña un papel crucial a la hora de garantizar el rendimiento óptimo y la eficacia de los colectores lineales Fresnel en el aprovechamiento de la energía solar para diversas aplicaciones.

Colector de Plato Parabólico (PDR)

Los Colectores de Plato Parabólico o PDC por sus siglas en inglés (Parabolic Dish Reflector) son tecnologías que utilizan un concentrador de disco parabólico para enfocar la radiación solar sobre un receptor, normalmente un tubo absorbente cónico, con el fin de generar calor para diversas aplicaciones. La radiación solar concentrada calienta el fluido de trabajo dentro del tubo absorbente, haciendo que se evapore parcialmente y se mueva a través de un proceso cíclico que implica intercambio de calor y condensación, produciendo finalmente energía térmica útil [25].

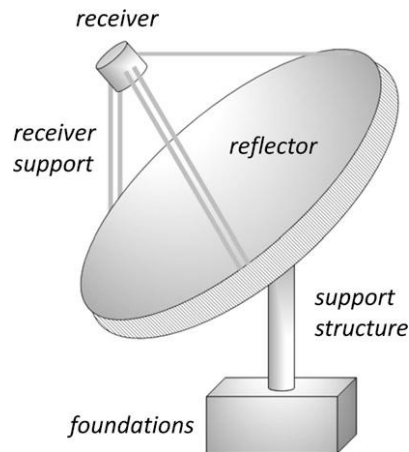


Figura 3-9. Esquema de un PDC [8].



Figura 3-10. Instalación de PDC con 17 metros de diámetro [8].

La investigación en este campo se centra en la mejora de la eficiencia térmica, la reducción de las pérdidas de calor y la optimización de los parámetros geométricos y operativos para mejorar el rendimiento general, con avances recientes que incluyen el uso de fluidos de trabajo modificados como nano fluidos y modificaciones de la superficie para mejorar la transferencia de calor en el tubo absorbedor [26, 27].

3.1.4 Condiciones de Funcionamiento

A continuación, se da cuenta de las relaciones de concentración, las temperaturas de operación y las eficiencias máximas teóricas para los sistemas de concentración solar térmica mencionados anteriormente. Esta información se presenta en la Tabla 3-1.

Tabla 3-1. Condiciones de funcionamiento de plantas concentradoras solares [10].

Tipo de Colector	Relación de concentración	Temperatura de funcionamiento	Eficiencia del sistema máximas teóricas
PTC	15-45	60-250°C	Tubular
HFR	100-1500	150-2000°C	Puntual
LFR	10-40	60-250°C	Tubular
PDR	100-1000	100-500°C	Puntual

3.1.5 Tecnologías de Almacenamiento de Energía Térmica (STES)

Generalmente, la energía solar térmica puede satisfacer la demanda de calor de los procesos industriales, pero en algunos casos puede haber incoherencias debido a la naturaleza intermitente de la energía solar. Esta incoherencia se puede producir entre la demanda de energía térmica y la disponibilidad de energía solar [10]. Afortunadamente, existen sistemas de almacenamiento de energía térmica solar o STES por sus siglas en inglés (Solar Thermal Energy Storage), las cuales permiten generar una consistencia en el funcionamiento de estas plantas energéticas [28].

Dependiendo de la técnica utilizada para el almacenamiento de energía, los STES se categorizan en sistemas activos o pasivos. En los sistemas activos, el modo de transferencia térmica es la convección forzada en el material de almacenamiento. Por otra parte, los sistemas pasivos el modo de transferencia térmica para la carga y descarga es a través del material de almacenamiento y este no fluye a través de sistema. También estos sistemas se pueden clasificar por su rango de temperatura al que operan, ya sean temperaturas bajas, medias o altas [29, 30].

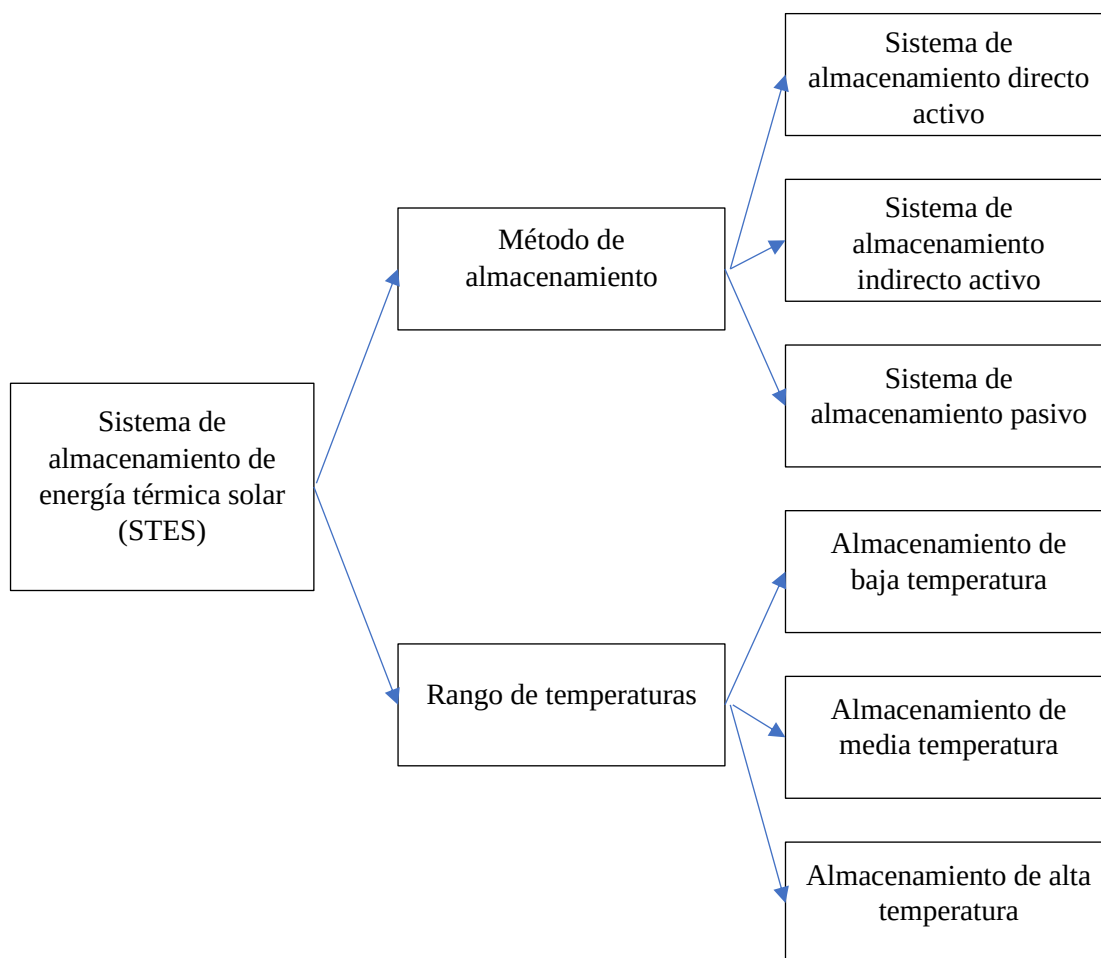


Figura 3-11. Categorización de sistemas de almacenamiento de energía solar térmica [10].

Métodos para almacenamiento [29]

- Sistema de almacenamiento directo activo: Son los sistemas en los que el líquido de transferencia de calor del material de almacenamiento y los colectores solares son similares.
- Sistema de almacenamiento indirecto activo: Son los sistemas en los que el líquido de transferencia de calor del material de almacenamiento y los colectores solares son diferentes. Se utilizan intercambiadores de calor para la transferencia de calor del líquido al material de almacenamiento de calor.
- Sistema de almacenamiento pasivo: Son los sistemas en los que el medio de transferencia de calor pasa a través del almacenamiento sólo para cargar y descargar el sistema. El medio de almacenamiento en si no circula y se utilizan normalmente materiales sólidos como el hormigón o materiales moldeables.

Rangos de temperatura [10]

- Almacenamiento de baja temperatura: Sistemas en los que la temperatura de funcionamiento está en el rango de los 20-100°C. Estos se utilizan para calefacción de espacios o calentamiento de agua domiciliaria.
- Almacenamiento de temperatura media: Sistemas en los que la temperatura de funcionamiento está en el rango de los 100-250°C. Estos sistemas se utilizan para ebullición, secado o esterilización.
- Almacenamiento de alta temperatura: Sistemas en los que la temperatura de funcionamiento está por sobre los 250°C. Estos sistemas son utilizados para el calentamiento de vapor a altas temperaturas para plantas de generación eléctrica. Comúnmente se utilizan sales, concreto o metales para el almacenamiento de energía térmica.

3.1.6 Materiales Utilizados en STES

Actualmente se utilizan múltiples materiales para el almacenamiento de energía térmica, pero se podría decir que existen 3 categorías principales.

Materiales de Almacenamiento de Calor Sensible

La capacidad calorífica específica es la forma de energía almacenada en los materiales debido a la temperatura. Esto significa que no ocurre un cambio de fase durante la absorción o liberación de calor, pero si un aumento o disminución de la temperatura [31, 32].

- **Medio de Almacenamiento Líquido:** Tiene la capacidad de circular fácilmente, lo cual es una ventaja sobre otros materiales de almacenamiento sensible. Estos materiales permiten un sistema activo en los cuales comúnmente se utilizan agua, aceite mineral o sales fundidas [29].
- **Medio de Almacenamiento Sólido:** Estos materiales son económicos y de fácil disponibilidad. Además, la presión de trabajo es cercana a la presión ambiente, por lo que no se necesitan recipientes robustos, además se tener ausencia de fugas. Al ser sólidos, estos no circulan fácilmente, por lo que se utilizan normalmente en sistemas pasivos. Algunos de los materiales utilizados son rocas, concreto, arena o ladrillos [10].

Materiales de Almacenamiento de Calor Latente

Estos materiales se conocen como materiales de cambio de fase (PCM, por sus siglas en inglés), los cuales se calientan hasta experimentar un cambio de fase, que puede ser de sólido a líquido o de

líquido a gas; cuando el material alcanza su temperatura de cambio de fase absorbe una gran cantidad de calor para llevar a cabo la transformación, lo que se conoce como calor latente de fusión o evaporación según sea el caso [33]. El calor latente y la conductividad térmica de estos materiales son muy altos, por lo tanto, las propiedades químicas, no tóxicas y no corrosivas son estables, siendo favorables para su uso. Considerando los materiales de almacenamiento de calor latente, hay una menor variación de temperatura entre la carga y la descarga de calor [34, 35].

- **Materiales de Almacenamiento Orgánico:** Estos tienen la capacidad de fundirse de manera congruente sin separación de fases. Los PCM orgánicos tienen un punto de fusión bajo, por lo tanto, no se utilizan en operaciones a alta temperatura, como en plantas de energía. Algunos materiales de almacenamiento de calor orgánicos son la parafina, ácidos grasos, ésteres, alcoholes o glicoles [10].
- **Materiales de Almacenamiento Inorgánico:** Poseen una densidad de calor latente volumétricamente muy alta y una conductividad térmica relativamente mayor. Sin embargo, se funden de manera incongruente [36]. Otro problema importante con estos materiales es la corrosión de la sal de los recipientes metálicos. Algunos materiales de almacenamiento de calor inorgánicos son los hidratos de sal, sales, los compuestos eutécticos, metales y sus aleaciones. En una mezcla de dos o más materiales, como orgánico-orgánico, orgánico-inorgánico e inorgánico-inorgánico [10].

Materiales Termoquímicos de Almacenamiento de Calor

Los materiales termoquímicos son sustancias que almacenan energía térmica mediante reacciones químicas reversibles, ofreciendo una alta densidad energética y capacidad de almacenamiento estacional. Estos materiales suelen incluir polvos sólidos que experimentan reacciones sólido-gas, lo que los hace adecuados para aplicaciones de almacenamiento de energía a gran escala, sobre todo en sistemas de energías renovables [37].

Una reacción química reversible ocurre en los materiales de almacenamiento de calor termoquímicos. Una reacción endotérmica hacia adelante captura el calor durante el proceso de carga. Los reactivos y productos se disocian por esta energía térmica absorbida. Mientras que, durante el proceso de descarga, los productos realizan una reacción exotérmica inversa y se libera calor. Las tecnologías de calor sensible y latente están disponibles comercialmente a nivel industrial, mientras que la tecnología de almacenamiento termoquímico todavía está en escalas de laboratorio. La pérdida térmica y los requisitos de aislamiento son nominales para el almacenamiento termoquímico [38].

3.2 Escoria de Cobre

Actualmente el cobre es un material altamente demandado, empleándose en sectores diversos como son la construcción, electricidad, electrónica computación o la medicina. El proceso pirometalúrgico del cobre permite la obtención de cobre metálico de alta pureza a partir de los concentrados de minerales de cobre. Este proceso comprende los procesos de fundición y refinación del cobre, siendo el cátodo de cobre el producto final. El cátodo de cobre de 99,99% de pureza es la materia prima para la obtención de nuevos materiales mediante otros procesos industriales. Por su parte, la escoria de cobre es un residuo metalúrgico masivo producto de la fusión de los concentrados de cobre en la fundición y se deposita directamente en vertederos autorizados. Es considerado un pasivo ambiental y puede permanecer en los lugares de acopio por un tiempo indefinido [39].

3.2.1 Pirometalurgia de Cobre

La producción pirometalúrgica de cobre a partir de concentrados de sulfuro es un proceso que implica la oxidación gradual de los concentrados de cobre en etapas secuenciales. Estos pasos son la fundición, la conversión y el refinado. En algunos casos especiales, el cobre puede producirse en un solo paso, cuando el contenido de hierro es lo suficientemente bajo como para producir una cantidad razonablemente baja de escoria. El proceso global de fabricación del cobre puede explicarse utilizando los diagramas de predominio de oxígeno y azufre. Esta herramienta es una carta de navegación para comprender el proceso global de fabricación del cobre [40].

Se necesita una comprensión adecuada de la influencia del potencial de azufre y oxígeno para definir los puntos de operación apropiados mediante la selección del grado de mate adecuado para el proceso de fundición, las composiciones de escoria adecuadas para garantizar una calidad de escoria apropiada y las pérdidas de cobre controladas [40].

3.2.2 Composición

Los principales constituyentes de la escoria de cobre suelen incluir SiO_2 , FeO y CaO , con óxidos adicionales como Al_2O_3 y MgO presentes en cantidades variables [41]. Por otra parte, hay estudios que indican que el contenido de cobre en la escoria de cobre puede oscilar entre el 0,77% y el 0,97%, encontrándose también cantidades de oro, plata y zinc [42].

En cuanto a su composición mineralógica esta presenta principalmente silicatos ferrosos como la fayalita y la ferrosilita, junto con minerales de mena como la magnetita y diversos sulfuros de cobre como la calcopirita y la bornita. La presencia de alúmina es crucial para lograr una alta pureza en los procesos de reciclaje [43].

3.2.3 Usos industriales

La escoria de cobre tiene varias aplicaciones industriales que contribuyen a la sostenibilidad y a los beneficios medioambientales. Las investigaciones indican que la escoria de cobre puede utilizarse como material abrasivo y en la fabricación de hormigón y materiales de pavimentación, reduciendo la necesidad de recursos naturales y los problemas de vertido [44]. Además, los estudios han demostrado que la escoria de cobre puede utilizarse como material inerte en el hormigón autocompactante, mejorando sus propiedades de durabilidad y resistencia mecánica a largo plazo cuando sustituye parcialmente al árido fino, hasta un 60% de sustitución, lo que mejora la resistencia frente a la penetración de cloruros y el desarrollo de materiales de construcción sostenibles [45]. Además, las escorias de cobre pueden procesarse mediante métodos piro hidrometalúrgicos para recuperar metales valiosos como el níquel, el cobalto y el cobre, lo que demuestra su potencial para la recuperación de recursos y la reutilización en procesos de producción de metales [46].

- **Herramientas abrasivas:** La escoria de cobre se utiliza en herramientas abrasivas debido a sus propiedades como dureza, distribución granulométrica y superficie rugosa, que la hacen ideal para eliminar revestimientos o pinturas en industrias como la naval [47]. Además, la escoria de fundición de cobre, que contiene un alto contenido en hierro, se utiliza habitualmente en productos de valor añadido como herramientas abrasivas y gránulos para tejados [48].
- **Pavimento:** La escoria de cobre se puede utilizar como un reemplazo parcial de los áridos convencionales como grava o piedra. Esto puede mejorar algunas propiedades como la resistencia al desgaste, la durabilidad y la resistencia a la compresión [44]
- **Concreto:** La escoria de cobre se puede utilizar tanto como aditivo mineral sustituto parcial del cemento en la producción del concreto, como también como agregado sustituto parcial de

áridos [49]. En ambos casos, su uso puede mejorar diversas propiedades del concreto [50] y proporcionar beneficios ambientales .

- **Fertilizante:** La escoria de cobre se utiliza para aportar nutrientes esenciales para el crecimiento de cultivos y mejorar la calidad del suelo. Al incorporar escoria de cobre en los fertilizantes minerales multi-elemento, los cultivos reciben varios nutrientes necesarios para su desarrollo, mejorando en última instancia la calidad y el rendimiento de las cosechas [51]

3.3 Estructuras metálicas porosas

Dentro del mundo de las estructuras metálicas, existe una subcategoría en la que se combinan propiedades como densidades extremadamente bajas, resistencias mecánicas destacables, térmicas o incluso acústicas. Estas son las estructuras metálicas porosas, las cuales, como lo dice su nombre, presentan espacios vacíos en su superficie o estructura llamados poros. Ahora bien, para que una estructura sea llamada porosa, debe tener dos características esenciales, primero que posea cavidades o espacios vacíos y que a su vez, dichas cavidades sean intencionadas y que le den propiedades específicas a la estructura [52].

3.3.1 Clasificación y características de las estructuras metálicas porosas

A la hora de clasificar las estructuras metálicas porosas, el tipo de estructura es fundamental, la cual puede ser cerrada, abierta o mixta. En el caso de una estructura cerrada es la que cuenta con poros aislados formando burbujas dentro del material, los cuales se conocen como poros cerrados. Por otra parte, las estructuras abiertas son aquellas que poseen poros conectados con el exterior, los cuales se conocen como poros abiertos. Es común que una estructura porosa cuente tanto con poros abiertos como con poros cerrados, como se puede apreciar en la Figura 3-12, pero dependiendo de la aplicación, se deseará tener mayor cantidad de uno que del otro [53].



Figura 3-12. Estructura porosa. a) poro cerrado, b,c,d,e,f) poros abierto, b,f) poros sin salida g) rugosidad [54].

Dentro de los parámetros que resultan relevantes a la hora de caracterizar las estructuras porosas se encuentran la fracción del volumen sólido del material, el tamaño de los poros, la morfología de los poros, el área de superficie específica, la relación de aspecto de los poros y el tamaño de ventana para los poros interconectados. Algunas de estas características se definen a continuación [53].

- **Porosidad:** Representa la relación entre el volumen ocupado por los poros y el volumen total de la estructura. Esta se expresa generalmente en decimal o porcentaje. Es el parámetro básico para estructuras porosas y es el factor clave para determinar sus propiedades físicas y

mecánicas. La porosidad total es la suma de la porosidad abierta y cerrada y generalmente se utiliza para caracterizar materiales porosos. La porosidad abierta incluye los poros interconectados que tiene una superficie interna abierta. Generalmente, las estructuras porosas con baja o media porosidad tienen poros cerrados.

- **Tamaño de poro:** Es el diámetro nominal de los poros en la estructura. Generalmente, se refiere a la media o a la equivalencia.
- **Morfología de poro:** Representa la forma y la orientación de los poros de un material, su interconexión y las características de su superficie.
- **Área superficial específica:** Es el área de superficie total por unidad de volumen o masa. Para los materiales con poros abiertos, el área de la superficie exterior es bastante pequeña que el área de la superficie del interior. Por otro lado, para materiales con poros cerrados, el área superficial específica se calcula utilizando la superficie total exterior debido a que los poros se encuentran en el interior.

3.3.2 Caracterización de estructuras metálicas porosas

Según su aplicación, las estructuras metálicas porosas pueden ser caracterizadas de múltiples maneras.

Normalmente se pueden distinguir dos grupos de métodos de caracterización de estructuras metálicas porosas. El primer grupo que mantiene la integridad de la estructura sin cambios o muy mínimos, estos métodos se conocen como métodos no destructivos. En contraposición, existe otro grupo de métodos en los que si se produce una modificación en la integridad de la estructura, deformándola o fracturándola de alguna forma, los cuales se conocen como métodos destructivos [55].

Dentro del grupo de los métodos no destructivos [55], se encuentran:

- **Medición de densidad:** La densidad total de una estructura porosa se puede determinar mediante la medición de su masa y su volumen utilizando el principio de Arquímedes. Para esto se debe medir su flotabilidad en un líquido de densidad conocida. Para poder hacer esta medición se puede realizar bajo la norma ASTM B 962 : 2017 [56], la cual entrega múltiples directrices en cuanto al procedimiento para realizar este ensayo.
- **Mediciones acústicas:** Las propiedades de absorción acústica de las estructuras porosas suelen medirse en un tubo de impedancia, el cual permite una medición rápida y certera. Sin embargo, como solo se puede caracterizar la incidencia perpendicular de la onda sonora en una muestra, se deben realizar más pruebas antes de poder utilizar un absorbente acústico recién desarrollado. El tubo de impedancia contiene la estructura en forma de disco cerca de un extremo con una distancia variable a la pared posterior con un emisor y un detector de sonido a cada lado. Normalmente se mide la atenuación en función de la frecuencia.
- **Análisis de vibraciones:** El módulo de Young y el factor de pérdida de los materiales se puede determinar mediante análisis de vibraciones. En la técnica más sencilla, se induce una vibración a una barra larga de sección rectangular o redonda. Pueden crearse excitaciones longitudinales, transversales o torsionales. Estas excitaciones pueden generarse mediante campos magnéticos y las vibraciones resultantes pueden captarse mediante una bobina de impedancia.
- **Porosimetría y permeametría:** Al tratarse de estructuras de poros abiertos, es de interés determinar los parámetros relacionados a la estructura interna, como lo son la superficie específica, distribuciones, tamaño de poro y tamaño de canal. Dentro de los métodos para realizar dichas determinaciones se encuentran la porosimetría de mercurio, técnicas de absorción de gases (BET), permeametría o el método del punto burbuja.

- **Medición de conductividad térmica y eléctrica:** Según la aplicación, se debe medir la resistencia térmica y resistencia eléctrica de la estructura fabricada.
- **Difracción de rayos X (DRX):** Este método entrega información relacionada con las estructuras, fases, orientación de las estructuras, además de otros parámetros estructurales como el tamaño de grano, cristalinidad, defectos cristalinos y deformaciones. Dicho método retorna un gráfico con peaks producidos por la interferencia constructiva de un haz monocromático de rayos X dispersos en ángulos específicos desde cada conjunto de planos de la red cristalina de la estructura analizada. Las intensidades máximas están determinadas por las posiciones atómicas dentro de los planes de la red. En consecuencia, DRX es la huella digital de arreglos atómicos periódicos de un material dado [57].
- **Energía dispersiva de rayos X (EDS):** Método complementario al DRX, donde se mide la distribución de energía e intensidad de las señales de rayos X generadas por un haz de electrones que golpea la superficie de la estructura estudiada. La composición elemental en un punto a lo largo de una línea o área definida se puede determinar con un alto grado de precisión. Esta técnica es capaz de producir mapas de distribución elemental [58].

En contraposición, dentro del grupo de los ensayos destructivos, se encuentran [55]:

- **Microscopía óptica:** Las estructuras porosas pueden ser analizadas mediante la observación óptica, identificando la morfología y la microestructura de estas. Si bien, el simple hecho de observar dichas muestras no significa una alteración de la integridad de las estructuras, para poder llevar a cabo dicha observación se debe realizar una preparación de la muestra, la cual contempla un corte y un pulido posterior. Es por lo anterior que si se considera un ensayo destructivo. Para garantizar la calidad y consistencia en la preparación y observación de las muestras, se suelen emplear normas como la ASTM E3, que establece procedimientos para la preparación de especímenes metalográficos, y las ASTM E407, que define los métodos de ataque químico en metales y aleaciones. Estas normas ayudan a obtener una imagen clara y representativa de la microestructura, permitiendo una caracterización precisa.
- **Microscopía electrónica de barrido (SEM):** Otra alternativa para analizar superficies y estructuras que no son visibles con la microscopía óptica ya que posee gran profundidad de campo. Por otra parte, sirve para verificar la presencia de contaminantes. De manera similar a la microscopía óptica, se requiere una preparación de la muestra a analizar, por lo que se considera un ensayo destructivo.
- **Ensayos mecánicos:** Para el caso de cualquier uso estructural, los ensayos mecánicos son prerequisites. Los datos obtenidos de estos ensayos son necesarios para la evaluación de aplicaciones específicas o, de forma más general, para crear bases de datos necesarias para la modelización asistida. Si bien, los ensayos mecánicos realizados son iguales a los de materiales densos, es recomendable realizar varias mediciones para obtener un resultado promedio, ya que existe una variabilidad relacionada con la distribución de masa y la distribución heterogénea. Entre los ensayos típicos que se realizan a las estructuras porosas se encuentran:
 - **Ensayo de compresión** → Estos ensayos consisten en aplicar una carga de compresión uniaxial que aumenta de manera gradual, deformando el material hasta su ruptura. A partir de este ensayo, es posible determinar propiedades mecánicas clave, como el esfuerzo de fluencia, la resistencia a la compresión y el módulo de Young [59]. Para asegurar la precisión y confiabilidad en los resultados se suelen seguir normas como la ASTM E9, que establece el método de prueba estándar para

ensayos de compresión en materiales metálicos, y la ASTM E11, la cual se enfoca en medición del módulo de Young en compresión.

- **Ensayo de dureza** → Son ensayos con los que se determina la dureza de los materiales. Se mide la resistencia de la superficie de un material a la penetración por un objeto duro. Con el tiempo han surgido un sinnúmero de pruebas de dureza, pero los ensayos más utilizados son los ensayos de Rockwell, Vickers y Brinell.
- **Ensayo de fatiga** → La fatiga es una forma de rotura que ocurre en estructuras sometidas a tensiones dinámicas y fluctuantes. En estas circunstancias, la fractura puede ocurrir a un nivel de tensión sensiblemente menor que la resistencia a la tracción o al límite elástico correspondiente al material. Este ensayo suele realizarse con cargas al 66% del esfuerzo de fluencia y se registra la cantidad de ciclos que se tomaron para producir la falla. Seguidamente se realiza este mismo procedimiento con cargas menores [59].
- **Pruebas de corrosión:** En estos ensayos, las muestras se exponen a ambientes corrosivos bajo condiciones controladas y durante un tiempo determinado, con el fin de evaluar su resistencia y comportamiento frente a la corrosión. Posteriormente, se realizan pruebas gravimétricas para medir la pérdida de masa debido a la corrosión y calcular la velocidad de corrosión de los materiales frente a las condiciones estudiadas. Estos ensayos se suelen realizar conforme a normas como las ASTM G31, que establece los procedimientos para la evaluación de la corrosión en metales mediante inmersión, y la ASTM G1, que define los métodos para la preparación, limpieza y evaluación de muestras corroídas. El uso de estas normas asegura la repetitividad y confiabilidad de los resultados obtenidos.

3.3.3 Aplicaciones

El uso de estructuras metálicas porosas es variado y está determinado fuertemente por sus características. Estas dependen de factores como la morfología de los poros, los elementos utilizados (metales o aleaciones), proceso con el cual fue confeccionado y por su puesto el factor económico.

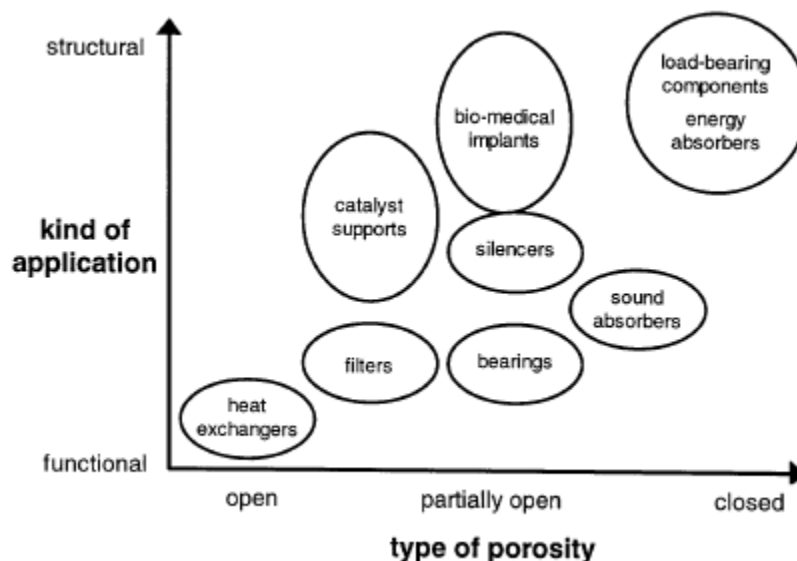


Figura 3-13. Aplicaciones de las estructuras metálicas porosas según la apertura de sus poros (morfología)[55].

Ahora bien, dentro de los campos en los que se utilizan este tipo de estructuras, se encuentran [55]:

- **Industria automotriz:** El aumento en la seguridad en los automóviles ha significado en muchos casos un aumento en el peso total del vehículo. Esto presenta un problema en cuanto a consumo de combustible. Por otra parte, en Europa y Japón, los autos han reducido significativamente su largo, pero sin perjudicar la comodidad de los pasajeros. Para esto se han utilizado estructuras porosas para mejorar propiedades como aislación térmica o de ruido. Además, las propiedades de absorción de energía significan un
- **Construcción ligera:** Esta aplicación depende principalmente de dos factores, la reversibilidad de las deformaciones bajo cargas y su alta relación entre resistencia y masa.
- **Absorción de energía en choques:** Para esta aplicación se busca que la deformación plástica absorba la energía producida en choques y particularmente las estructuras de aluminio presentan un rebote de un 3%, cifra significativamente menor a la de otros materiales en los cuales se alcanzan rebotes de hasta un 15%.
- **Control de ruido:** Debido al módulo de Young que presentan las estructuras metálicas porosas, además de su factor de pérdida, por lo que pueden amortiguar las vibraciones del sonido.
- **Industria aeroespacial:** La relación entre peso y resistencia de estas estructuras las hacen perfectas candidatas para la industria aeroespacial, reemplazando en parte las costosas estructuras de panal de abeja, permitiendo así una reducción en los costos.
- **Construcción de barcos:** Siguiendo la misma lógica de aplicaciones anteriores
- **Industria ferroviaria:** Siguiendo la lógica de las aplicaciones anteriores, también se destaca la capacidad de absorber la energía de choques o colisiones.
- **Industria de construcción:** Las posibilidades de aplicación en el sector de la construcción son muy amplias. Las estructuras porosas se pueden utilizar en los edificios de oficinas modernas, decorando las fachadas con materiales ligeros, rígidos y resistentes al fuego.
- **Construcción de maquinaria:** Para el caso de las maquinarias, las estructuras porosas son una alternativa interesante. Las piezas porosas con inercia reducida y amortiguación mejorada podrían sustituir los ejes, rodillos o plataformas fabricados actualmente con metal convencional. Estos componentes se pueden utilizar en fresadoras o taladros estacionarios, así como en máquinas de impresión.
- **Equipamiento deportivo:** En este ámbito se suele ser más permisivo con el tema de costos, por lo que se pueden utilizar estructuras porosas para disminuir pesos. Un ejemplo de estos son los protectores de canillas o canilleras en los jugadores de fútbol, en donde la absorción de energía puede ser una característica que explotar.
- **Industria biomédica:** El titanio o las aleaciones de cobalto-cromo se utilizan en prótesis o implantes dentales. Para garantizar el crecimiento del tejido, se suele producir una capa porosa del mismo material o de otro material biocompatible sobre la prótesis mediante pulverización térmica u otros métodos.

3.3.4 Manufactura de estructuras metálicas porosas

En la actualidad existen múltiples técnicas referentes a la producción de estructuras metálicas porosas. Dentro de estas, se pueden destacar las siguientes:

- **Manufactura aditiva de metales (AM):** Proceso de fabricación de componentes tridimensionales, mediante la adición sucesiva de material en varias capas, hasta formar un producto final. Su desarrollo y principales aplicaciones son para fabricar prototipos rápidos. Actualmente los procesos de AM más comunes que utilizan aleaciones metálicas son; fusión por cama de polvo, deposición directa de energía y fusión por haz de electrones [60].

- **Metalurgia de polvos convencional (PM):** Consiste en el mezclado elemental o aleación de polvos con lubricantes o aditivos para producir mezclas homogéneas. La mezcla es compactada en una matriz típicamente a presiones entre 140 y 950 MPa, dependiendo de la densidad del material y su compresibilidad. Estas estructuras compactadas luego son calentadas a temperaturas por debajo del punto de fusión, conocida como temperatura de sinterizado y finalmente enfriada. Estas estructuras cuenta con resistencias acordes para las aplicaciones deseadas [61].

3.4 Metalurgia de Polvos

La metalurgia de polvos (PM por sus siglas en inglés) es una tecnología de procesamiento de metales en la que se producen piezas a partir de polvos metálicos. Este proceso contempla la compresión a una forma específica o deseada, generando así una forma sólida y manipulable, la cual se calienta posteriormente, generando la unión de partículas en una masa dura y rígida [62].

Para llevar a cabo esta técnica, es necesario seguir una serie de pasos o procedimientos que incluyen la selección y preparación de los polvos, la mezcla de los mismos (en caso de utilizar aleaciones), la compactación en moldes, y finalmente, la sinterización, como se puede apreciar en la Figura 3-14. Cada una de estas etapas influye directamente en las propiedades finales del material, como la densidad, la resistencia mecánica y las características microestructurales, tales como la distribución de los poros y la homogeneidad de la fase. La optimización de estos pasos es clave para asegurar que las piezas obtenidas cumplan con los requerimientos específicos de su aplicación.

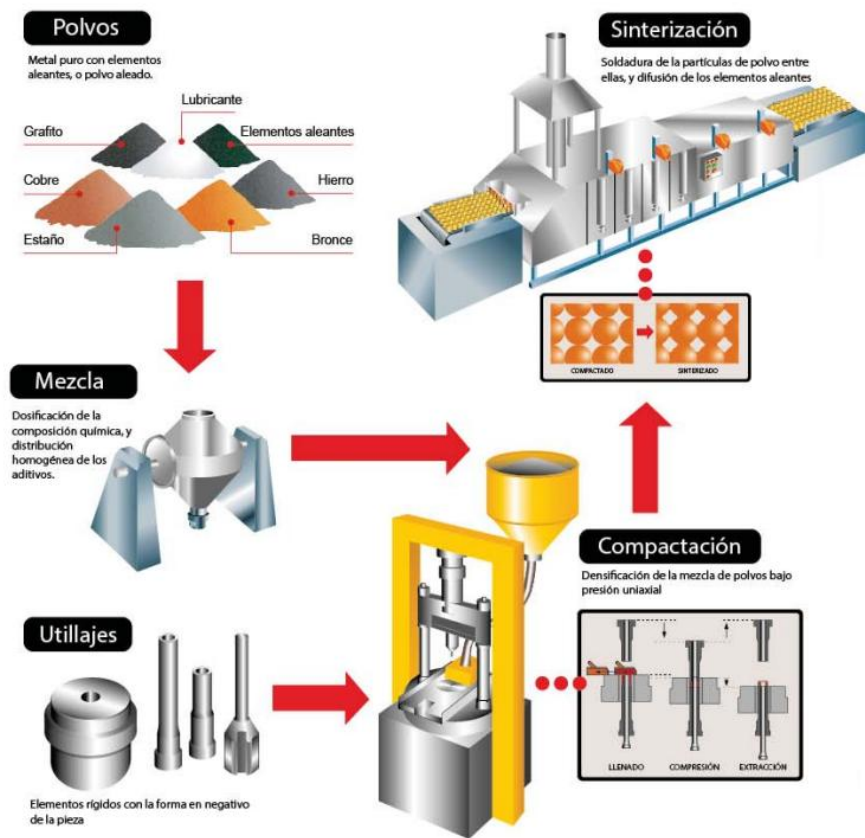


Figura 3-14. Etapas del proceso de la metalurgia de polvos [63].

3.4.1 Procedimiento en la Metalurgia de Polvos

Homogeneización

Esta primera etapa consiste en la mezcla o combinación de los polvos previo a la compactación o sinterizado. Para llevar a cabo este procedimiento se utilizan diferentes dispositivos, como lo son el tambor rotatorio, doble cono rotatorio, mezclador de tornillo o mezclador de paletas [62].

La mezcla se refiere a la homogeneización de partículas de diferentes composiciones químicas, mientras que la combinación hace alusión a la homogeneización de partículas de diferentes tamaños y no necesariamente de diferentes composiciones químicas [62].

Cabe destacar que en esta etapa se pueden utilizar componentes lubricantes, aglutinantes o defloculantes para mejorar el proceso o evitar fenómenos indeseados [62].

Compactación

Es en esta etapa en la que se les aplica una alta presión a los polvos para darles la forma requerida. Comúnmente la técnica utilizada es el prensado, en la cual punzones opuestos compactan el polvo contenido en un troquel. La pieza generada en esta etapa se conoce como pieza en verde, siendo relevante el término “en verde” ya que quiere decir que la pieza no está completamente procesada. Como resultado del prensado, la densidad de la pieza en verde es mayor que la densidad de la pieza volumétrica inicial. Por otra parte, la resistencia de esta pieza en verde es adecuada para su manipulación, pero es mucho menor a la resistencia que se obtiene después del sinterizado [62]. Es en esta etapa en la que se debe ser cuidadoso con el manejo o manipulación, ya que un golpe o esfuerzo menor puede generar una fractura de la pieza.

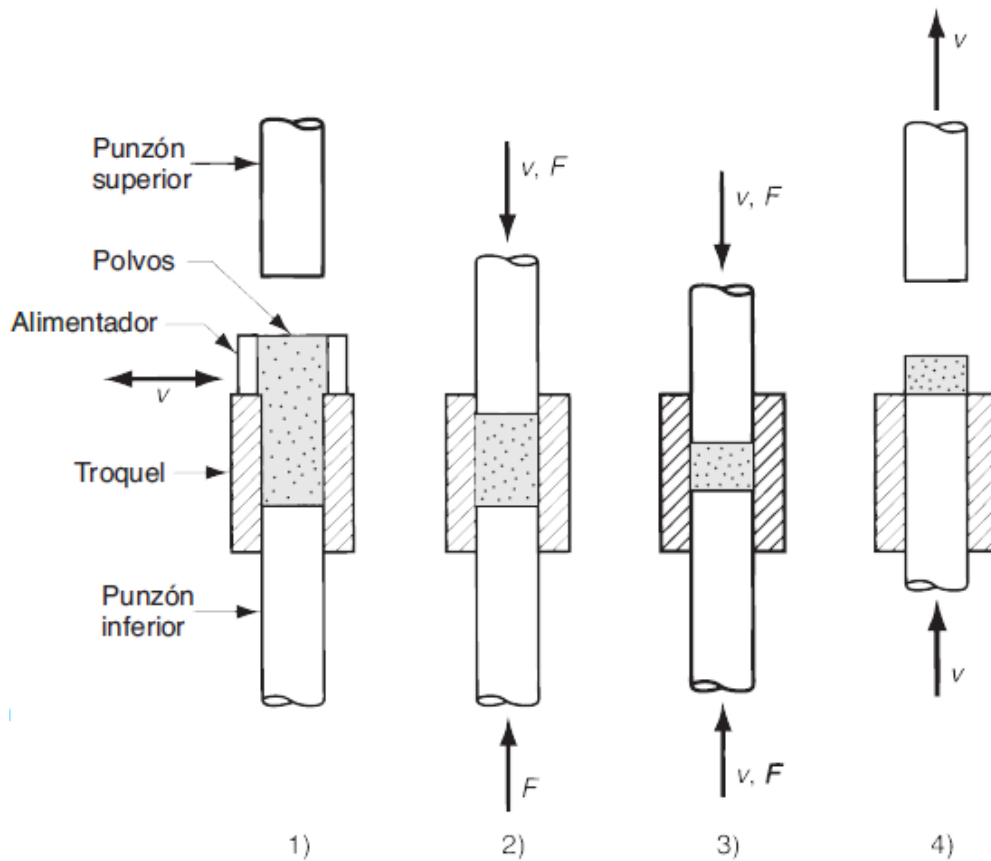


Figura 3-15. 1) Llenado de matriz con polvos metálicos. 2) Posición inicial de los punzones previo a la compactación. 3) Posición final de los punzones posterior a la compactación. 4) Retiro de la pieza compactada de la matriz [62].

Es importante destacar dentro de las piezas fabricadas se generan gradientes de densidad debido a fricción que se genera entre las paredes de la matriz y los polvos. Es por esto que en algunos casos se agregan lubricantes a los polvos metálicos y/o a las paredes y punzón, con el fin de reducir las fuerzas de fricción entre los polvos y las paredes y entre los mismos polvos metálicos [62]. Dentro de los lubricantes utilizados comúnmente, se encuentran el estearato de zinc, disulfuro de molibdeno y ácido esteárico [64].

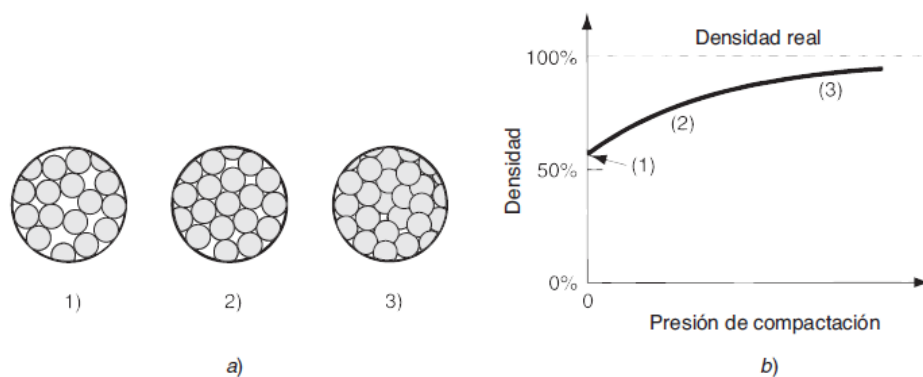


Figura 3-16. Efecto de la presión aplicada durante la compactación. a) polvos sueltos iniciales (1), re-empaqueamiento (2) y deformación de las partículas (3). b) densidad de los polvos en función de la presión aplicada [62].

Sinterización

Esta operación de tratamiento térmico a la que se somete la pieza en verde produciendo una unión entre las partículas metálicas, incrementando así su resistencia. Este procedimiento se lleva a cabo generalmente a temperaturas entre 0,7 y 0,9 del punto de fusión del metal (en escala absoluta) [62].

A escala microscópica, los cambios que ocurren durante el sinterizado son los siguientes [62]:

1. Unión de partículas en los puntos de contacto
2. Crecimiento de los puntos de contacto, generando cuellos de sinterizado.
3. Reducción de los poros existentes entre las partículas.
4. Generación de límites de grano entre partículas.

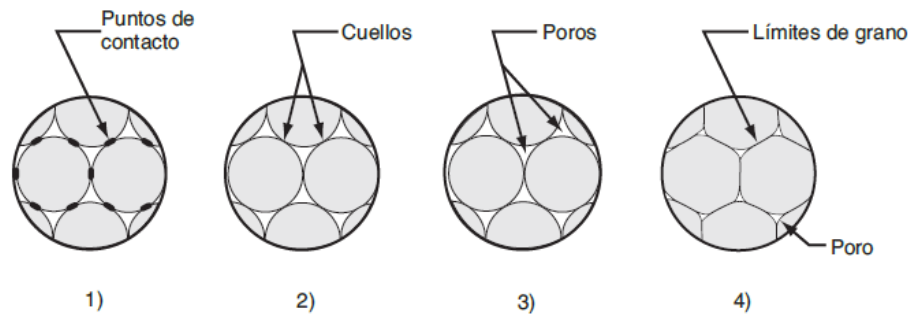


Figura 3-17. 1) Puntos de contacto entre partículas. 2) Cuellos de sinterizado. 3) Porosidad entre las partículas. 4) Deformación de partículas y disminución de tamaño de poro [62].

Durante este proceso, se reduce el área de la superficie total, la energía libre total de la superficie, el volumen de los poros y la red de interconectada de poros [52].

3.4.2 Ventajas de la Metalurgia de Polvos

Dentro de las ventajas de la metalurgia de polvos se encuentran [62]:

- Al ser procesos de producción masiva de forma neta o casi neta, se reducen los procesamientos posteriores o se elimina completamente.
- En términos de aprovechamiento del material, cerca de un 97% de los polvos iniciales se convierten en producto. A diferencia de los procesos de fundición, en los que se pierde material en las coladas, alimentadores y mazarotas.
- Permite confeccionar piezas con un nivel de porosidad específico, permitiendo su uso para piezas que así lo requieren.
- Ciertos metales que son difíciles de fabricar por otros métodos se pueden formar por metalurgia de polvos.
- Permite ciertas combinaciones de aleaciones metálicas y cermets que en otros métodos no son posibles.
- Presenta un control dimensional mayor frente a los procesos de fundición, llegando a tolerancias rutinarias de $\pm 0,13 \text{ mm}$.
- Se pueden automatizar los procesos, generando así una disminución de los costos de operación.

3.4.3 Desventajas de la Metalurgia de Polvos

Dentro de las desventajas de la metalurgia de polvos se encuentran [62]:

- Alto costo del equipo y de las herramientas.
- Alto costo de los polvos metálicos.
- Dificultades en el almacenamiento y manejo de polvos metálicos
- Limitaciones en la forma de las piezas, debido a que los polvos metálicos no fluyen fácilmente en dirección lateral dentro de la matriz.
- Las variaciones de densidad dentro de la pieza pueden llegar a ser un problema.

3.4.4 Técnica Space Holder

Una de las grandes dificultades que presenta la metalurgia de polvos convencional es la de controlar de manera precisa la porosidad (en caso de ser requerida), ya que el comportamiento de la porosidad depende de múltiples factores como la presión de pre-compactación, la temperatura de sinterización o el tiempo de sinterización [52].

Debido a este hecho han surgido diferentes técnicas que permiten resolver este inconveniente de manera satisfactoria, siendo uno de estos la técnica de *Space Holder* o espaciadores. Esta técnica permite controlar parámetros como la morfología, la rugosidad, el tamaño y la cantidad de poros en una estructura por PM [65].

Esta técnica consiste en la utilización de un material sólido que puede ser removido usualmente a temperaturas bajas o mediante disolución evitando la contaminación de la pieza. Para esto, primero se deben mezclar los polvos metálicos y el espaciador, la homogeneidad con la que se realiza la mezcla determinar la distribución de los poros en la estructura final [65].

Posteriormente, se compacta la mezcla ya sea por compresión uniaxial, compresión isostática, entre otras. La presión a la que se compacta se debe optimizar de forma que sea lo suficientemente alta como para que la estructura tenga propiedades de resistencia mecánica que permitan su manipulación, pero que no lleguen a alterar la forma y el desempeño de las partículas utilizadas como espaciador [65].

Ya con la muestra en verde, se procede a la remoción del espaciador, ya sea con ciclos de calentamiento a temperaturas cercanas a la temperatura de sublimación del material espaciador, o con métodos de dilución del espaciador. Es esta remoción del material espaciador la que genera cavidades dentro de la muestra, traduciéndose una porosidad controlada mediante la cantidad de espaciador utilizado en la mezcla y la naturaleza de este [65]. Este procedimiento se puede realizar antes o después de la sinterización dependiendo de la naturaleza de los materiales utilizados.

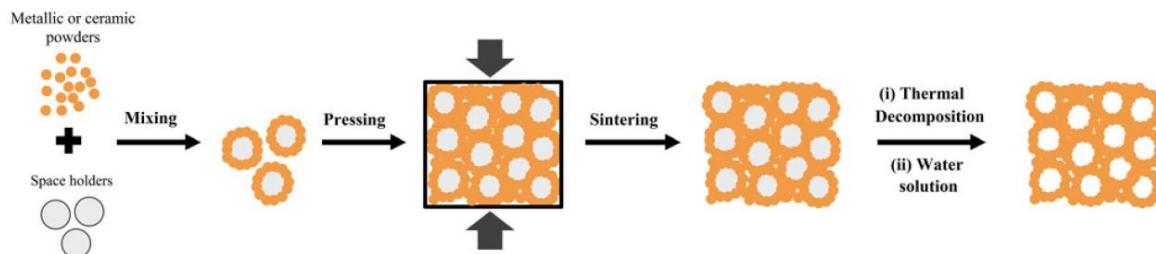


Figura 3-18. Esquema de pasos a seguir para técnica de Space Holder [66].

A continuación, se presentan algunos de los materiales utilizados como espaciador, sus ventajas y la manera en la que se remueven de la estructura.

Tabla 3-2. Materiales utilizado como espaciadores [65].

Materiales Utilizados como espaciador		
Espaciador	Ventajas	Método de Remoción
Polimetilmetacrilato (polímero)	Control de la morfología de los macro-poros.	Calentamiento a 250-450°C por 5 h en vacío.
Paraformaldehído (polímero)	Descomposición completa a bajas temperaturas.	Remoción mediante procesos catalizadores.
Magnesio (sal inorgánica)	No especificado.	Evaporación durante sinterizado. Lixiviación con solución de ácido clorhídrico.
Bicarbonato de Amonio (sal inorgánica)	Fácil y completa remoción debido a su moderada temperatura de descomposición, asegurando pocas impurezas de oxígeno, nitrógeno y carbono.	Descomposición a 60°C. Remoción a 150-175°C.
Cloruro de Sodio (sal inorgánica)		Disolución mediante agua destilada a temperaturas de 50-60°C.
Cloruro de Calcio (sal inorgánica)	No especifica.	Vaporización a 150°C.
Carbamida (partícula orgánica)	Limitaciones para la compactación a presiones sobre 300 MPa y concentraciones sobre 50%.	Descomposición en vacío a 133°C. Remoción sobre 600°C. Lixiviación con agua o NaOH.
Almidón (partícula orgánica)	Amigable con el medio ambiente, remoción sencilla mediante combustión y químicamente estable.	Remoción con tapioca de almidón a 450°C. Lixiviación con agua.
Cristales de sacarosa (partícula orgánica)	Fácilmente removible.	Lixiviación con agua.

3.4.5 Geometría de Polvos

La definición de polvo hace referencia a un sólido dividido en partículas finas, las cuales pueden tener diferentes características morfológicas. Estas son el tamaño de partículas y su distribución, forma y estructura interna de las partículas y el área superficial [62].

El tamaño de partículas y distribución tiene relación con las dimensiones de los polvos individuales. Si la forma de estas partículas es esférica, solo basta con una dimensión para poder caracterizarlas, ahora bien, en caso contrario, se necesitan más dimensiones [62].

Para estas otras dimensiones es que se utilizan el método de las cribas, en la cual se utilizan mallas por las cuales pasan (o no) las partículas del polvo. Estas se identifican por las aperturas que presentan por unidad lineal, correspondiendo un número alto de malla a un menor tamaño de partícula [62].

En dicho método, las partículas se separan haciéndolas pasar a través de una serie de cribas de tamaños progresivamente menores. Los polvos se colocan sobre una criba de cierto número de malla y esta se hace vibrar permitiendo que las partículas pequeñas que caben en las aberturas caigan a la siguiente criba [62].

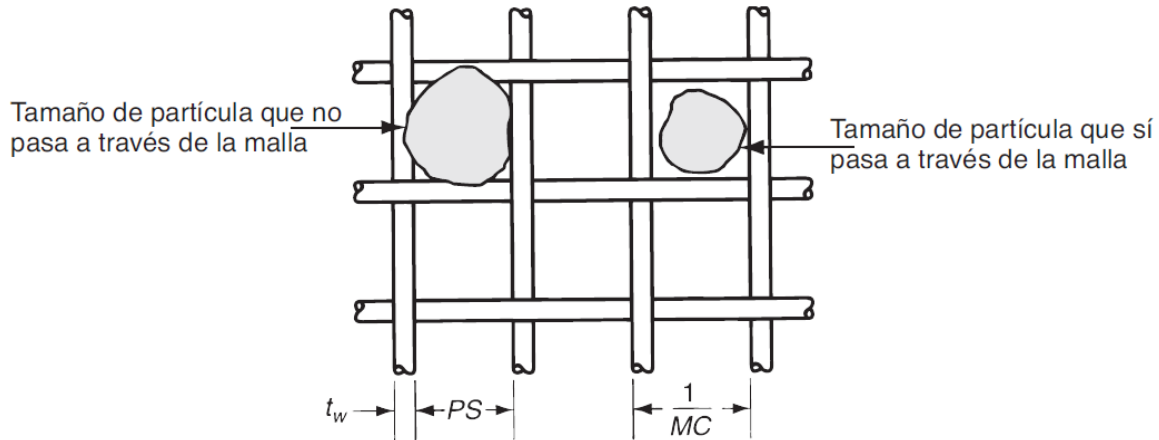


Figura 3-19. Malla de criba para seleccionar tamaños de partícula [62].

3.5 Field Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering

El sinterizado consiste en un proceso de consolidación de polvos a temperaturas inferiores al punto de fusión del material y es de este concepto de donde surge el Field Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering (FAST/SPS). Esta es una técnica de sinterizado en la cual los polvos (o la muestra en verde) se depositan en una matriz conductora de electricidad y mediante dos punzones se comprimen los polvos (o la muestra), a la vez que se conduce electricidad a través de la matriz, generando un calentamiento de los polvos (o la muestra) [67].

3.5.1 Ventajas del FAST/SPS

Dentro de las ventajas que se obtiene mediante el FAST/SPS frente al sinterizado convencional, se tienen [68]:

- **Velocidad de Calentamiento:** Típicamente, los equipos de FAST/SPS pueden generar velocidades de calentamiento de $1000\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, desfavoreciendo así el crecimiento de grano en la etapa inicial de sinterización.
- **Temperatura de Sinterizado:** La densificación por FAST/SPS se produce en un rango de temperaturas del 50-80% de la temperatura de fusión del material en escala absoluta, la cual es menor a la temperatura de sinterizado tradicional en muchos casos. Esto también favorece la densificación total de la estructura sinterizada.
- **Tiempo de Sinterizado:** Los tiempos típicos de sinterizado en FAST/SPS van de los 5 hasta los 30 minutos, lo cual es considerablemente menor a los tiempos del sinterizado convencional, los cuales contemplan múltiples horas.

3.5.2 Principio de funcionamiento

El FAST/SPS es una tecnología que realiza la compactación y la sinterización en una misma operación. Para llevarse a cabo se hace uso de dos punzones (superior e inferior), los cuales aplican una carga, generando así una presión en la estructura a sinterizar. Por otra parte, estos punzones son capaces de conducir una corriente eléctrica a través de estos, induciendo un aumento de la temperatura de la estructura que se ubica entre estos. En cuanto al enfriamiento, esta puede llegar a producirse a una velocidad mayor a $300^{\circ}\text{C}/\text{min}$ gracias a la cámara de refrigeración. Estas dos características permiten reducir los tiempos de procesamiento de manera sustancial en comparación a un sinterizado convencional [69].

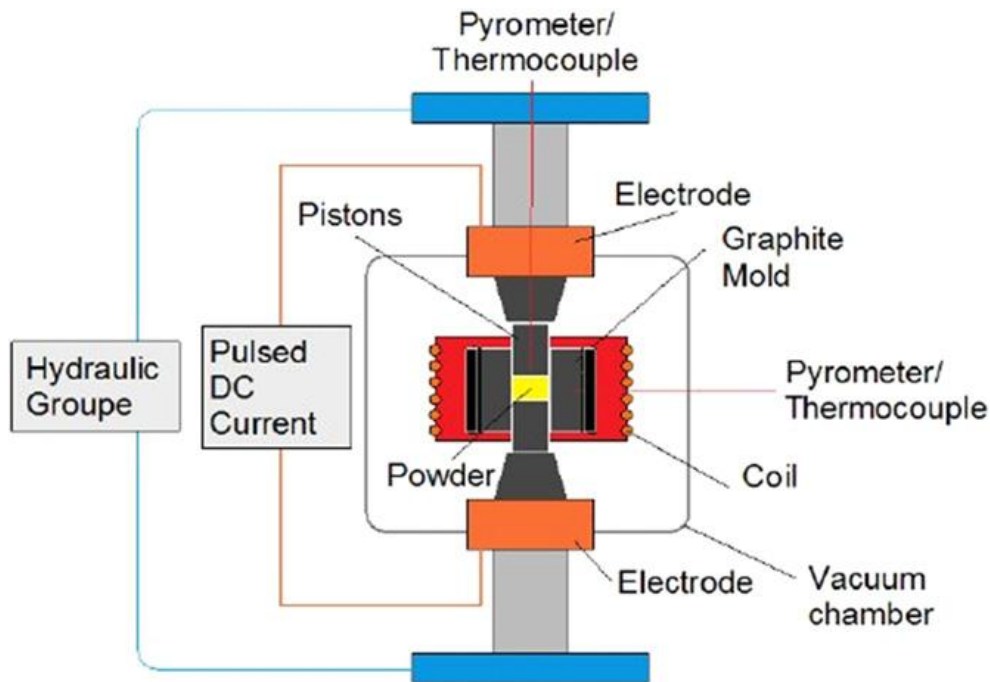


Figura 3-20. Esquema de elementos de un equipo FAST/SPS [70].

3.5.3 Condiciones de Sinterizado en FAST/SPS

Para poder llevar a cabo una sinterización mediante FAST/SPS, se deben definir ciertos parámetros, los cuales determinan las propiedades de la estructura final. Dentro de los parámetros importantes se encuentran:

- **Temperatura de Sinterización:** Se refiere a la temperatura máxima que alcanza la muestra en el ciclo de sinterizado. A grandes rasgos, una mayor temperatura de sinterización se traduce en una mayor densidad relativa de la muestra, una disminución de la porosidad y los tamaños de poros [66].
- **Tiempo de Sostentamiento:** Se refiere al tiempo en el que la muestra se mantiene a la temperatura de sinterizado. Este parámetro influye en la microestructura, por lo que también en las propiedades mecánicas de los materiales sinterizados. El mantener la temperatura de sinterizado es necesario para ayudar en el mecanismo de densificación y también en la evolución de fase, lo cual es crucial para la mejora de las propiedades mecánicas [71].
- **Velocidad de Calentamiento:** Corresponde a la razón del cambio de temperatura en el calentamiento de la muestra antes de llegar a la temperatura de sinterización. Esta velocidad puede ser constante durante todo el proceso de calentamiento o puede variar según sean los requerimientos. Este parámetro es un factor que determina el crecimiento de grano y la densificación de la muestra, generándose una mayor densificación a mayores velocidades de calentamiento. Por otra parte, a mayores velocidades de calentamiento, se disminuyen los tiempos de procesamiento [71].
- **Presión de Compactación:** La presión de compactación es la fuerza que aplican los punzones sobre la estructura y tiene directa relación con densificación, ya que, a mayor presión de compactación, se genera un aumento de los puntos de contacto, generando así una reducción en el volumen o tamaño de los poros y un crecimiento de grano. Estas dos características se traducen en mejoras de las propiedades mecánicas [72]. Si bien, la

aplicación de presión sobre la muestra es utilizada comúnmente, esta está restringida por la resistencia de la matriz de grafito, la cual no debe superar los 150 MPa [70].

- **Corriente eléctrica:** El calentamiento de la muestra se genera debido al efecto Joule producido por el paso de corriente a través de la matriz y la misma muestra. Ahora bien, esta corriente puede ser alterna, continua o continua pulsante [70].
- **Velocidad de Enfriamiento:** Se refiere a la razón del cambio de temperatura en el enfriamiento de la muestra posterior al sinterizado. Esta puede ser paulatina o acelerada dependiendo de las propiedades que se buscan obtener, ya que influye en las propiedades mecánicas y la microestructura de los materiales [73].

3.6 Aleaciones NAB

Las aleaciones de Níquel-Aluminio Bronce (NAB) son aleaciones a base de cobre que contienen principalmente Níquel, Aluminio, Cobre y pueden contener otros elementos como el Manganeseo o Hierro. Conocidas por sus propiedades mecánicas superiores y su resistencia a la corrosión, se presentan como alternativas ideales para aplicaciones marinas y aeroespaciales [74].

A modo general, las aleaciones NAB ofrecen una opción de material versátil con propiedades a medida adecuadas para aplicaciones exigentes, y las investigaciones en curso se centran en la optimización de su microestructura y las técnicas de procesamiento para lograr nuevas mejoras [74, 75].

3.6.1 Composiciones

Como se mencionó anteriormente, las aleaciones NAB están compuestas normalmente por cobre, níquel y aluminio, y sus características individuales se presentan a continuación.

Cobre

Empezando por el Cu comercialmente puro, este se usa principalmente en alambres y cables eléctricos, contactos eléctricos y diversos artículos que se utilizan en aplicaciones eléctricas, o sea, en conducción de la electricidad. El Cu, ciertos latones, algunos bronce y cuproníqueles se usan en servicios que requieran alta conducción del calor como ser radiadores de automóviles, sistemas de calefacción hogareña, paneles para absorción de energía solar, etc. Debido a sus propiedades, estos se suelen usar o emplear en caños y válvulas de sistemas de agua potable, sistemas de procesamiento de aguas industriales u otros fluidos acuosos [76].

Además de la resistencia mecánica, la resistencia a la fatiga y la conformabilidad, existen otros atributos a tener en cuanto al momento de utilizar aleaciones base Cu [76]:

- a) **Resistencia a la Corrosión:** El Cu es un metal noble y puede ser atacado por reactivos comunes o por el medio ambiente. El Cu puro resiste muy bien los ataques corrosivos de la mayoría de los medios agresivos, sin embargo, algunas aleaciones de Cu tienen una utilidad limitada en determinados medios debido a que sufren degradación por causa del fenómeno de fragilidad por hidrógeno y corrosión bajo tensiones.
- b) **Conductividad Eléctrica:** Además de la resistencia a la corrosión, una de las propiedades útiles del cobre es su alta conductividad eléctrica.
- c) **Conductividad Térmica:** El Cu y sus aleaciones son muy buenos conductores de calor puesto que exhiben un número elevado de electrones libres que participan en la conducción térmica.
- d) **Facilidad de Fabricación:** Tiene la facultad de poderse trabajar de múltiples formas, tanto a alta temperatura como a baja temperatura.

Níquel

El níquel es un elemento del grupo de transición de la cuarta serie de la tabla periódica, que incluye el hierro, el níquel y el cobalto.

En la actualidad, existen 3 tipos principales de yacimientos de níquel: sulfuros de níquel-cobre, silicatos de níquel y lateritas y serpentinas de níquel. Se encuentran en distintas zonas de la tierra y varían considerablemente en cuanto a la facilidad de manipulación para ganar el níquel que contiene [77].

Algunas de las propiedades físicas, como la resistividad eléctrica, se ven influidas en gran medida por pequeñas cantidades de impurezas, pero entre las propiedades que se pueden destacar del níquel se encuentran [77]:

- a) **Propiedades térmicas:** La temperatura de fusión del níquel se alcanza a los 1453°C y ha sido seleccionado como punto fijo secundario en la Escala Internacional de Temperatura. Cabe señalar que las impurezas reducen el punto de fusión, a diferencia del calor específico, el cual no se ve mayormente afectado por estas impurezas.
- b) **Propiedades eléctricas:** La resistividad eléctrica de níquel aumenta con la temperatura y con el contenido de impurezas.
- c) **Propiedades magnéticas:** Los materiales ferromagnéticos, los cuales incluyen el níquel, hierro, cobalto, tienen la capacidad de conservar el orden magnético a temperatura ambiente después de ser magnetizados.
- d) **Propiedades elásticas:** Los estudios han mostrado una fuerte anisotropía en las propiedades elásticas del níquel. Los valores medios del módulo de Young son de 30.000 ksi para el caso del níquel de alta pureza y 29.600 ksi para el níquel comercial.
- e) **Propiedades físicas diversas:** Según algunas informaciones, la densidad del níquel de alta pureza es ligeramente superior a la del níquel comercial, siendo 8,913g/cm³ y 8,885g/cm³ respectivamente. Por otra parte, la emisividad total del níquel aumenta de forma aproximadamente lineal desde 0,045 (a 20°C) hasta 0,19 (a 999°C). Por último, la velocidad del sonido en el níquel comercial, medida en una barra forjada, es de 4,699km/s.

Aluminio

Las piezas moldeadas de aluminio se producen en una gama de aleaciones que demuestran una gran versatilidad en las características que se pueden conseguir. Más de 100 composiciones están registradas en la Asociación de Aluminio, y más de 300 aleaciones que se utilizan internacionalmente. Entre las propiedades que presentan las aleaciones, sin tener en cuenta las capacidades ampliadas de la matriz metálica y otras estructuradas compuestas, se incluyen [78]:

Tabla 3-3. Propiedades del aluminio y sus aleaciones [78].

Propiedad	Valor
Resistencia a la tracción	70-505 MPa
Límite elástico	20-455 MPa
Alargamiento	1-30%
Dureza	30-150 HB
Conductividad Eléctrica	18-60 %IACS
Conductividad Térmicas	85-175 WK/m (a 25°C)
Límite de fatiga	55-145 MPa
Coeficiente de dilatación térmica lineal	17,6-24,7 x10 ⁻⁶ /°C (a 20—100°C)

Resistencia al corte	42-325 MPa
Módulo de elasticidad	65-80 GPa
Peso específico	2,57-2,95

3.6.2 Aplicaciones

En general, los bronce de aluminio pueden utilizarse para diversas aplicaciones si se seleccionan de manera adecuada las composiciones en función de sus propiedades. Ahora bien, las aleaciones NAB se han utilizado ampliamente en aplicaciones marinas, ya que su alta resistencia a la corrosión las hacen sumamente prácticas [79]. Dentro de las aplicaciones marinas, se utiliza para la fabricación de hélices de paso controlable, válvulas de barcos y bombas de agua de mar [80].

3.7 Investigaciones de aleaciones NAB mediante FAST/SPS

Por el momento, estudios enfocados a la investigación de las propiedades que tiene las estructuras de aleaciones NAB fabricadas mediante la técnica de FAST/SPS son pocos. En esta sección se revisarán y resumirán dichos estudios, los cuales sirven como guía para elegir de forma adecuada las condiciones de sinterizado.

Influence of aluminium content on the microstructure and densification of spark plasma sintered nickel aluminium bronze

Okoro et al. [75] estudiaron la influencia del contenido de aluminio y cobre en aleaciones NAB con un porcentaje fijo de níquel. Para esto se fabricaron muestras de 20 mm de diámetro, a una temperatura de 750 °C, con una velocidad de calentamiento de 100 °C/min, la cual se mantuvo por 5 minutos, con una presión de compactación de 50 MPa mediante FAST/SPS [75].

Tabla 3-4. Composición elemental de las muestras fabricadas y tamaño de partícula de cada elemento [75].

	Aluminio	Níquel	Cobre
Tamaño	15,4 μm	29,5 μm	85,7 μm
NAB1	6 (wt.%)	4 (wt.%)	90 (wt.%)
NAB2	8 (wt.%)	4 (wt.%)	88 (wt.%)
NAB3	10 (wt.%)	4 (wt.%)	86 (wt.%)

Para su caracterización se realizó microscopía electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X (DRX), con el fin de revelar la microestructura y las fases presentes en estas estructuras.

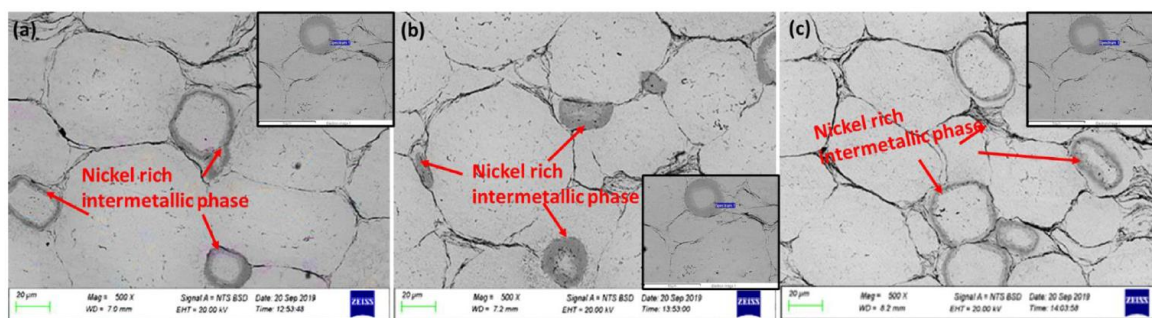


Figura 3-21. Micrografía SEM de las aleaciones NAB sinterizadas con aluminio (a) 6wt.%, (b) 8wt.% y (c) 10wt.%. [75].

Por lo que se aprecia en la Figura 3-21, se ve que los polvos fueron mezclados de manera homogénea, lo que confirma la efectividad de la molienda y los parámetros utilizados para esta técnica. Por otra parte, se confirma la predominancia de las partículas de cobre en la mezcla y se observa la pérdida de la forma por parte de las partículas de aluminio, las cuales se distribuyeron de manera uniforme. También se puede apreciar la formación de fases intermetálicas ricas en níquel en los bordes de grano. Esto puede derivar en un aumento en la microdureza y en la resistencia mecánica de la aleación [75].

Tabla 3-5. Resultados EDS que muestra la composición de las fases intermetálicas ricas en níquel [75].

Elemento	%Peso	%Atómico
Al K	12,11	23,00
Ni K	74,52	65,03
Cu K	13,37	11,97
Total	100,00	

De acuerdo con análisis de fases de las muestras confeccionadas, estos se pueden ver en la Figura 3-22.

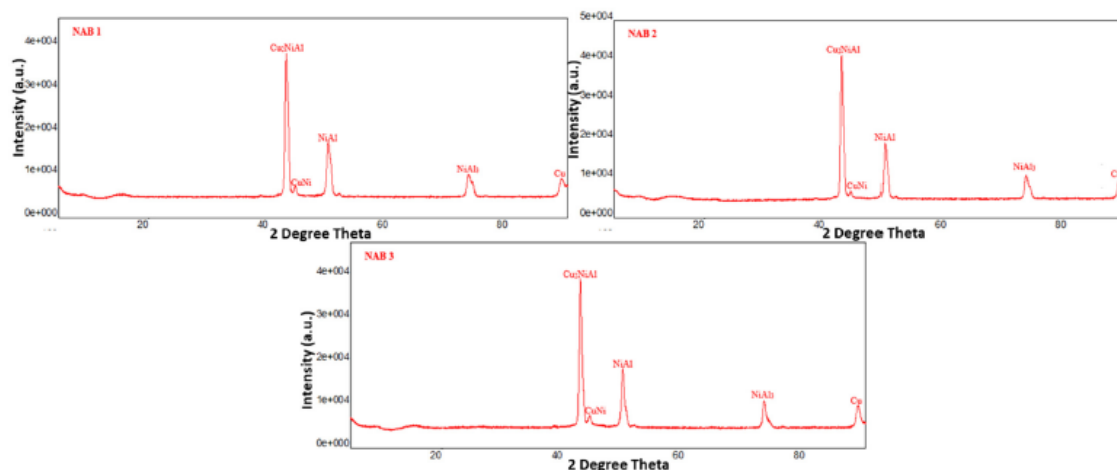


Figura 3-22. Resultados DRX de muestras NAB fabricadas [75].

Es ahí donde queda en evidencia la formación de nuevas fases intermetálicas, lo que corrobora la reacción de polvos metálicos durante el proceso de consolidación [75].

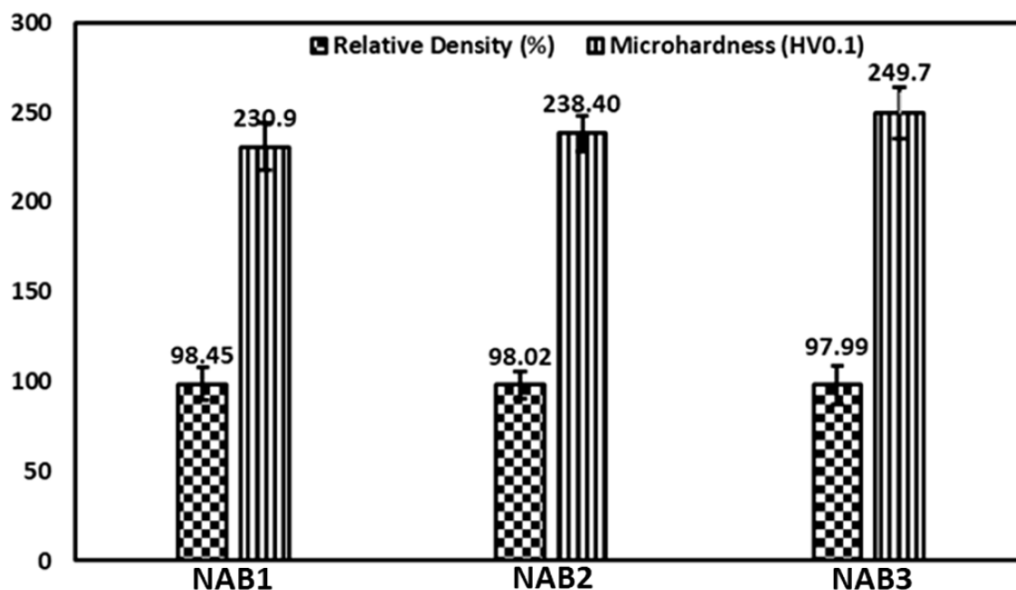


Figura 3-23. Densidad relativa y microdureza de las muestras NAB fabricadas [75].

Según lo que se puede apreciar en la Figura 3-23; **Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, el aumento del contenido de aluminio produce una disminución en la densidad relativa. Por otra parte, como se puede apreciar en esa misma figura, se genera un aumento en la micro dureza de las muestras al aumentar el contenido de aluminio[75].

Microstructure, mechanical and tribological properties of nickel-aluminum bronze alloys developed via gas-atomization and spark plasma sintering.

Por su parte, Zhai et al. [81] estudió el efecto de las temperaturas de sinterización (600-700°C) sobre los comportamientos mecánicos y tribológicos de las aleaciones NAB desarrolladas por atomización con gas y SPS.

Para realizar una caracterización de las muestras se realizó DRX, SEM, EDS y microscopía óptica. Para la caracterización mecánica de las muestras se realizaron pruebas de compresión y ensayos de tracción. Por otra parte, para realizar la caracterización tribológica se procedió con ensayos de fricción y desgaste utilizando un sistema de ensayo de desgaste por torsión con una configuración de plano sobre plano bajo cargas de contacto de 43-106 N y una frecuencia de 2 Hz durante 20.000 ciclos [81].

De los resultados de DRX realizados a las muestras sinterizadas a 600, 650, 700 y 750°C se pueden apreciar en la Figura 3-24. En esta se puede confirmar un peak principal de todas las muestras en la fase α . También se pueden apreciar precipitaciones de Fe_3Al en todas las muestras [81].

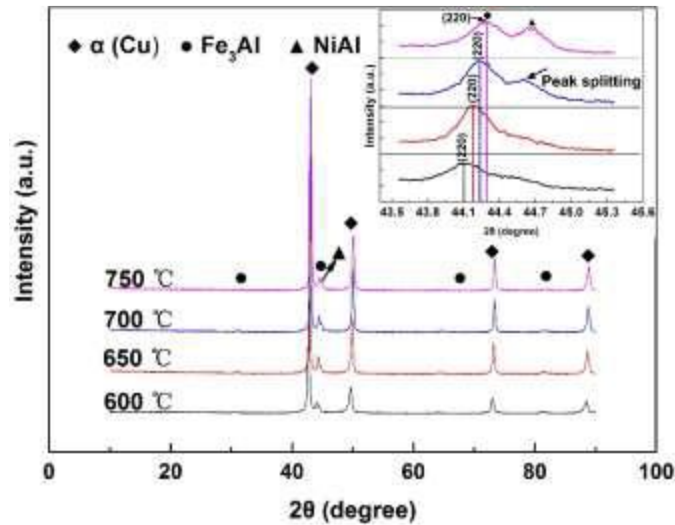


Figura 3-24. Evolución de patrones de DRX de muestras NAB sinterizadas a 600, 650, 700 y 750°C. El recuadro muestra el desdoblamiento del peak Fe₃Al a diferentes temperaturas de sinterizado [81].

En cuanto a las propiedades mecánicas, se pueden ver las curvas de compresión y tracción en la Figura 3-25. El límite elástico para NAB-600 y NAB-750 es 540±10 y 620±10 MPa, respectivamente, y resistencia última de 1700±30 y 1480±30 MPa con una deformación aproximada del 44% [81].

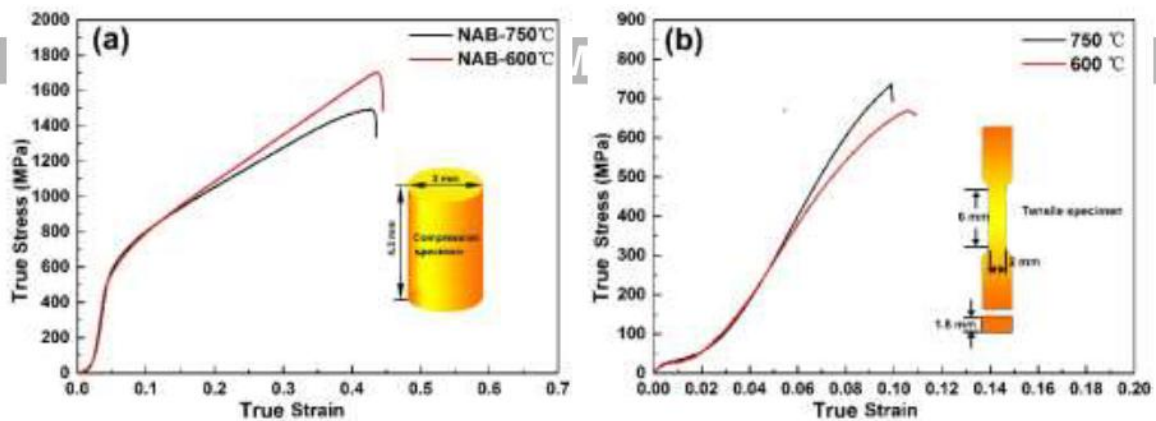


Figura 3-25. Curvas representativas (a) de compresión y (b) de tensión-deformación de NAB-600 y NAB-750[81].

En dicho estudio, el comportamiento tribológico de las muestras NAB a diferentes temperaturas es comparado. Como se muestra en la Figura 3-26, se aprecia la evolución del coeficiente de fricción de las muestras en función de los ciclos de roce con cargas de 43, 86 y 106 N. Los coeficientes evolucionan durante los primeros 1000 ciclos, llegando posteriormente a valores relativamente estables. Se señala que, para cualquiera de las cargas aplicadas, no se aprecian diferencias en los coeficientes de roce [81].

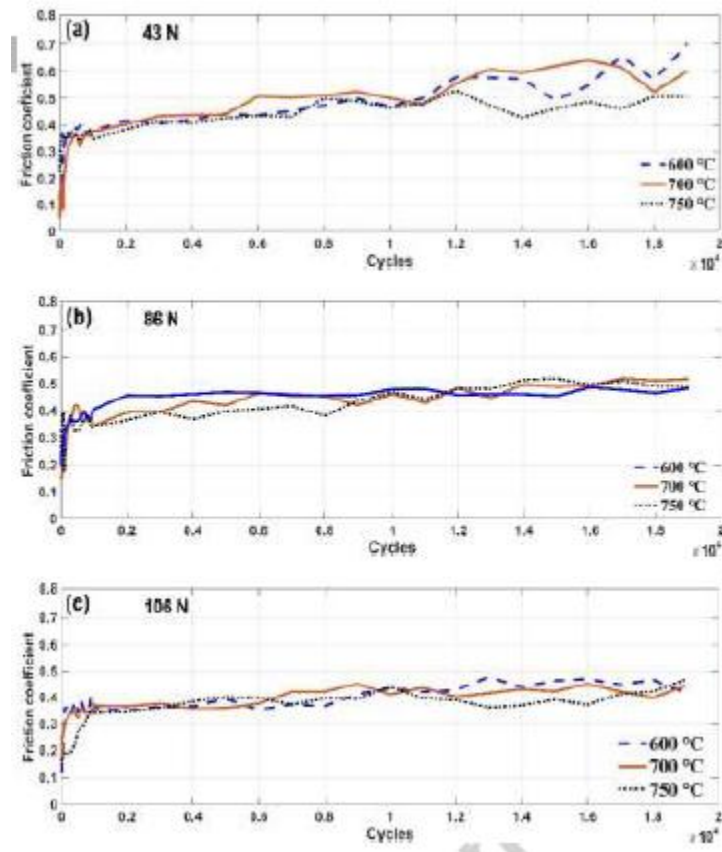


Figura 3-26. Evolución de coeficientes de fricción de NAB-600, NAB-700 y NAB-750 en función de los ciclos de rozamiento ensayados con cargas de contacto de (a) 43, (b) 86 y (c) 106 N [81].

Por otra parte, en cuanto al desgaste sufrido por estos ensayos con muestras a diferentes temperaturas, las muestras que sufrieron menor daño, y por ende tienen mayor resistencia al desgaste, fueron las sinterizadas a 750°C, en todas las condiciones [81].

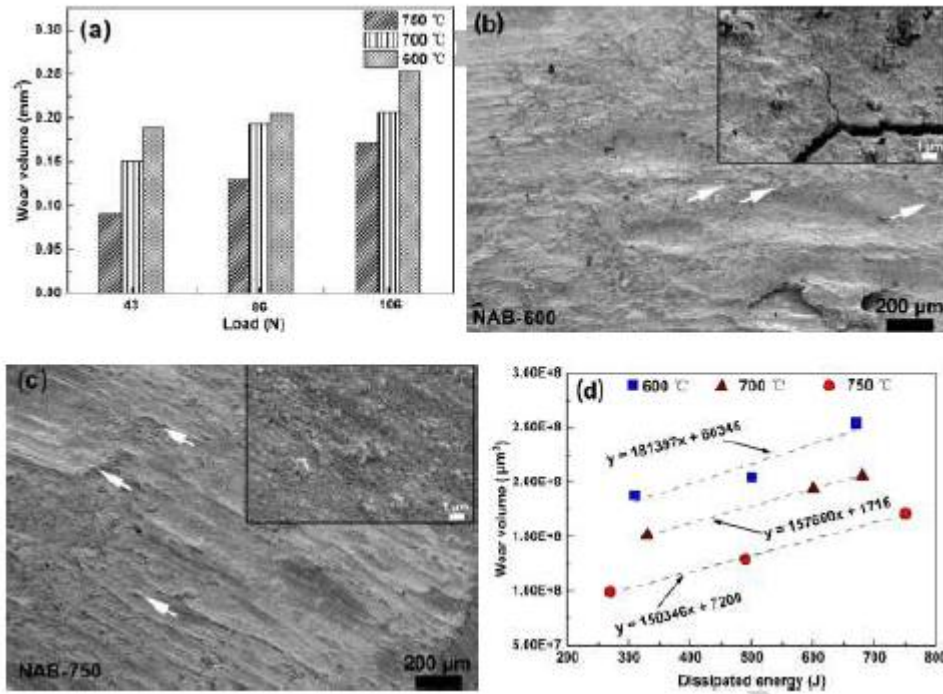


Figura 3-27. (a) Volumen de desgaste de NAB-600, NAB-700 y NAB-750 ensayados a 43, 86 y 106 N; (b y c) huellas de desgaste en muestras de NAB-600 y NAB-750 a 106 N; (d) volumen de desgaste en función de la energía disipada para aleaciones NAB [81].

Habiendo realizado los ensayos descritos anteriormente, obtuvo una relación entre la temperatura de sinterizado y las propiedades mecánicas y tribológicas de las muestras NAB fabricadas mediante SPS. La caracterización microestructural de NAB-750 mostró que su alta resistencia se debe a la distribución uniforme de los precipitados (Fe_3Al y NiAl) [81].

4 Materiales y Procedimiento Experimental

Durante este apartado, se da cuenta de los materiales y los procedimientos utilizados para la fabricación de las estructuras de aleación NAB, además de los ensayos que permitieron la caracterización de dichas estructuras.

4.1 Materiales

4.1.1 Polvos Metálicos

Para la base de las estructuras metálicas, se utilizaron polvos metálicos de aleaciones de Cu-Ni-Al-Fe obtenidos mediante atomización con argón y nitrógeno por la marca CNPC POWDER. Las características mencionadas por el proveedor se mencionan a continuación.

Tabla 4-1. Características de componentes para aleación de Cu-Ni-Al.

Material	Composición (%)	O (%)	A.D. (g/cm ³)	Tamaño de Partícula
CNPC-CuAlNiFe	Al 8.5-11, Ni 4-5.5, Fe 3-5, Cu Bal.	<0.15	4.8-5.5	45-150µm

4.1.2 Carbonato de Amonio (Espaciador)

Para el caso del espaciador, se utilizó carbonato de amonio ((NH₄)₂CO₃) marca Loba Chemie. Si bien ese material viene comercialmente en forma de placas, se realizó una molienda manual para su utilización.

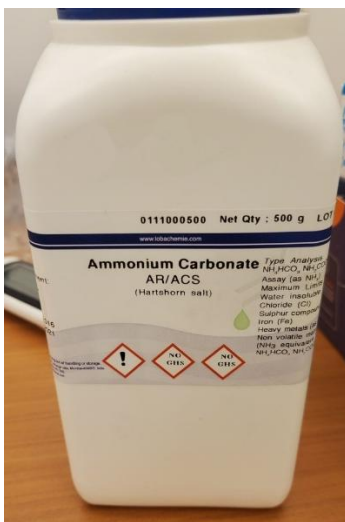


Figura 4-1. Carbonato de amonio marca Loba Chemie.

4.1.3 Escoria de Cobre

En cuanto a la escoria de cobre, esta fue un aporte de la fundición Hernán Videla Lira (Paipote, Copiapó, Región de Atacama, Chile) por parte de la compañía ENAMI. Las condiciones de la escoria son tal como se recibieron, tamizadas para obtener un tamaño de partícula inferior a 4,75 mm, lo que indica que el material utilizado se encuentra en su estado original, directamente desde la planta de fundición o acopio, sin ningún tratamiento químico o térmico adicional.

4.2 Procedimiento Experimental

A continuación, se describen los pasos a seguir para la obtención y caracterización de las muestras de Cu-Ni-Al porosas, tanto por las confeccionadas con espaciador y sin espaciador. También se da cuenta de los parámetros que empleados en cada una de las etapas del proceso.

4.2.1 Molienda de polvos

Debido a las propiedades morfológicas de los polvos comerciales no se pudo realizar una pre-compactación exitosa de los polvos en verde a las presiones máximas admisibles por la matriz de compactación disponible (1524 MPa según lo calculado en Anexo A).

Durante la extracción de la muestra de la matriz, se pudo ver que la muestra se rompió en múltiples secciones transversales.

Este fenómeno se atribuyó principalmente a la geometría de los polvos utilizados, ya que, al tener una geometría esférica, los puntos de contacto entre los polvos no son suficientes como para generar una estructura consolidada.

Para poder llevar a cabo la pre-compactación se efectuó una molienda de los polvos comerciales, con el fin de modificar la geometría esférica y generar una geometría irregular, incrementando las superficies de contacto entre los polvos, siendo capaz de generar una consolidación de los polvos y generación de muestras pre-compactadas exitosa.

El equipo utilizado para este procedimiento corresponde a un molino planetario marca Retsch modelo PM 100.



Figura 4-2. Molino Planetario Retsch PM100 [82].

Los parámetros del ciclo de molienda que se utilizó para cambiar la morfología de los polvos fueron:

Tabla 4-2. Parámetros de molienda de polvos metálicos.

Parámetros de molienda de polvos	
Parámetro	Valor
Tiempo de molienda efectiva	15 min
Tiempo de intervalo	1 min
Tiempo de pausa	5 min
Tipo de Ciclo	Con Inversión

Velocidad	350 RPM
Masa de bolas de zirconio	1000,64 g
Masa de polvo	100,82 g
Masa de ácido esteárico	1,34 g

4.2.2 Caracterización de polvos

La caracterización de los polvos de Cu-Ni-Al, tanto esférico como molido, se realizó empleando microscopía electrónica de barrido (FE-SEM) con el fin de estudiar la forma de las partículas que componen dichas sustancias.

4.2.3 Tamizado de Carbonato de Amonio

Teniendo en cuenta la aplicación de las estructuras porosas, se requieren poros de 3 – 6 μm . Pero para el tamizado solo se tienen

Para obtener el tamaño de partícula deseado se tamizó el carbonato de amonio previamente molido de manera manual. En este proceso se utilizó un tamizador vibratorio marca Gilson modelo Performer III SS-3. En un primer caso se utilizaron tamaños de malla de 53 μm y 45 μm , correspondientes a las primeras muestras porosas. Posteriormente, se utilizaron tamaños de malla de 106 μm y 125 μm



Figura 4-3. Tamizador vibratorio marca Gilson modelo III SS-3 [83].



Figura 4-4. Arreglo de tamices para obtención de carbonato de amonio.

4.2.4 Homogenización de mezcla

Para asegurar la condición de homogeneidad, tanto en los polvos metálicos como en la mezcla de polvos metálicos con carbonato de amonio, se realizaron ciclos de homogenización de 45 minutos previo a la utilización de los polvos metálicos y posterior al mezclado de polvos con carbonato de amonio. Para llevar a cabo dichos ciclos de homogenización se utilizó una túrbula System Schatz tipo T2F.



Figura 4-5. Túrbula System Schatz tipo T2F [84].

4.2.5 Compactación uniaxial

Para realizar la compactación, primero se preparó la matriz, realizando una limpieza de esta con acetona y papel absorbente, removiendo así cualquier tipo de contaminación que puede haber quedado de compactaciones anteriores. Posteriormente se lubricaron las superficies internas de la matriz y los punzones con una solución de acetona y estearato de zinc molido en una proporción de 10:1. Luego, se esperó la evaporación de la acetona en las superficies y se montó la sufridera dentro de la matriz, se vertió la mezcla de polvos dentro de la matriz y se ubicó el punzón, dejando la mezcla entre la sufridera y el punzón.

Para la pre-compactación de las muestras en verde se utilizaron dos equipos dependiendo de su disponibilidad. El primero fue un equipo hidráulico de prensado en seco de laboratorio marca Across International modelo MP24A. Para el uso de este equipo se realizó de manera paulatina, con el fin de lograr una compactación cuasi estática. Habiendo llegado a la presión final de pre-compactación, se mantuvo la presión durante un tiempo de 2 minutos. Posteriormente se procedió a la remoción de la muestra mediante la misma prensa, dando vuelta la matriz y extrayendo a la muestra por la parte superior.

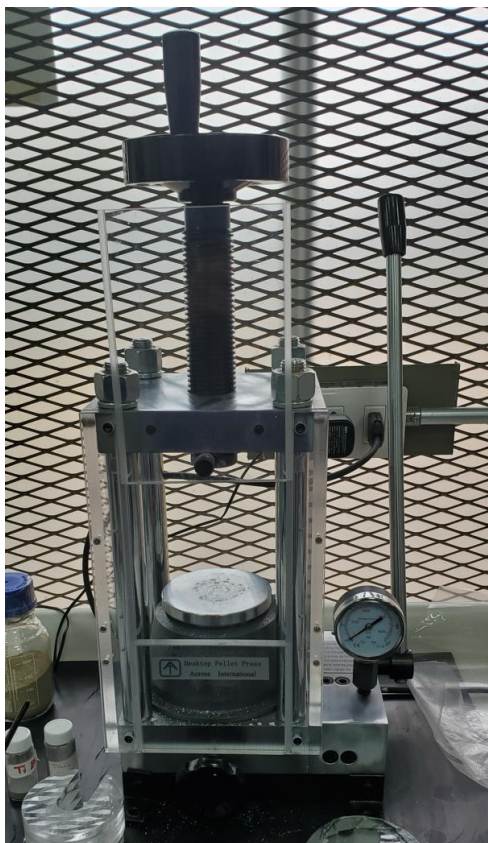


Figura 4-6. Prensa hidráulica marca Across International modelo MP24A.

En cuanto al segundo equipo utilizado, esta fue una máquina de ensayo marca Zwick/Roell modelo Z100, permitiendo un control preciso sobre la velocidad y la presión de compactación. Al utilizar este equipo se pudo controlar de manera precisa el avance en la compactación, la cual fue de $3\text{mm}/\text{min}$. Habiendo llegado a la presión deseada también se dejó con un tiempo de mantención de 2 min. Para el retiro de la muestra de la matriz se utilizó una prensa hidráulica manual marca Profi Press modelo 30 ton HF-2.



Figura 4-7. Máquina de ensayo Zwick/Roell Z100.



Figura 4-8. Prensa hidráulica manual marca Profi Press modelo 30 ton HF-2.

4.2.6 Remoción del espaciador

Para evitar la evaporación del carbonato de amonio dentro de la cámara de sinterizado se removió el espaciador mediante ciclos de calentamiento prolongados, promoviendo la sublimación de este. Para esto se utilizó una estufa universal marca Memmert modelo UN55 presente en la Figura 4-9.



Figura 4-9. Estufa universal Memmert modelo UN55 [85].

En cuanto a los ciclos de remoción de espaciador, se realizó en dos etapas, la primera de 12 horas a una temperatura de 60°C y una segunda etapa de 12 horas a 110°C, asegurando de esta manera la remoción total del carbonato de amonio.

Por otra parte, se probó un segundo método de remoción de espaciador, el cual constó de un solo ciclo de 48 horas a 40°C.

4.2.7 Sinterización FAST/SPS

Las muestras se sinterizaron en el equipo Spark Plasma Sintering marca FCT Systeme GmbH modelo HP D 10 presentado en la Figura 4-10. En cuanto a las herramientas para la sinterización, se utilizó una matriz y punzones de grafito para muestras de 10 mm de diámetro.

Además, para evitar la adhesión de las muestras a los punzones y la matriz de grafito, se utilizaron papeles de grafito de 0,4 mm de espesor, los cuales cubrieron el manto y las caras de la muestra, evitando así el contacto directo.

En cuanto a la temperatura de sinterizado, se realizaron todos los procedimientos a 850°C, rampa de calentamiento de 150°C/min hasta los 600°C y luego de 50°C/min hasta la temperatura final. Esta temperatura se debe a que en experiencia anteriores con este mismo equipo, las estructuras de se pudieron sinterizar exitosamente a esta temperatura. En cuanto a las rampas de calentamiento, la primera se realiza a 150 °C/min para evitar el crecimiento de grano, y luego de 50 °C/min para asegurar que la temperatura de la muestra sea uniforme.



Figura 4-10. Spark Plasma Sintering marca FCT Systeme GmbH HP D 10.

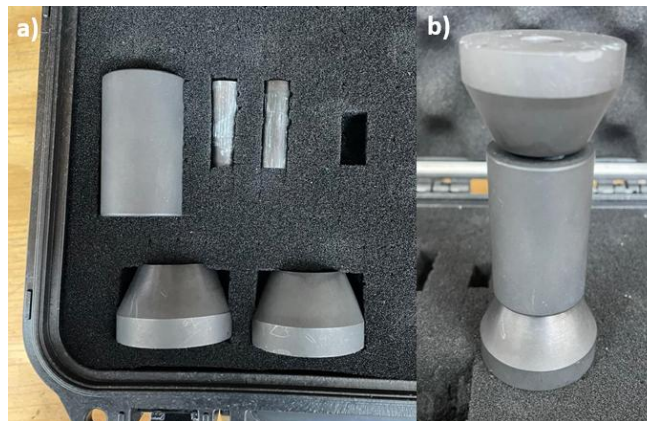


Figura 4-11. (a) componentes de matriz de grafito de 10 mm (b) matriz de grafito de 10 mm armada.

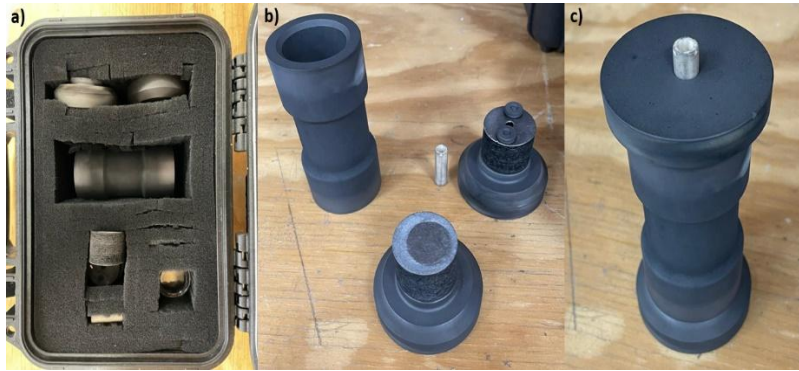


Figura 4-12. (a) componentes de matriz pressureless (b) armado de matriz pressureless (c) armado final matriz sin presión.

Teniendo en cuenta lo mencionado anteriormente, a continuación, se describe el ciclo de sinterizado que se utilizó, además de la representación gráfica en la Figura 4-13:

1. Compresión de la muestra con los punzones a una fuerza de 2 kN , la cual es la fuerza mínima que requiere el equipo para asegurar contacto entre los polvos y un flujo de corriente entre los punzones.
2. Generación de vacío dentro de la cámara de sinterizado.
3. Llenado de la cámara de sinterizado con una atmósfera de argón.
4. Calentamiento de la matriz a una temperatura de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, temperatura mínima que es capaz de medir la termocupla.
5. Calentamiento a una razón de $150\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta los $600\text{ }^{\circ}\text{C}$.
6. Calentamiento a una razón de $50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta los $850\text{ }^{\circ}\text{C}$.
7. Mantención de la temperatura de $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 5 minutos.
8. Enfriamiento de la matriz a la razón máxima permitida por el equipo hasta temperatura ambiente.

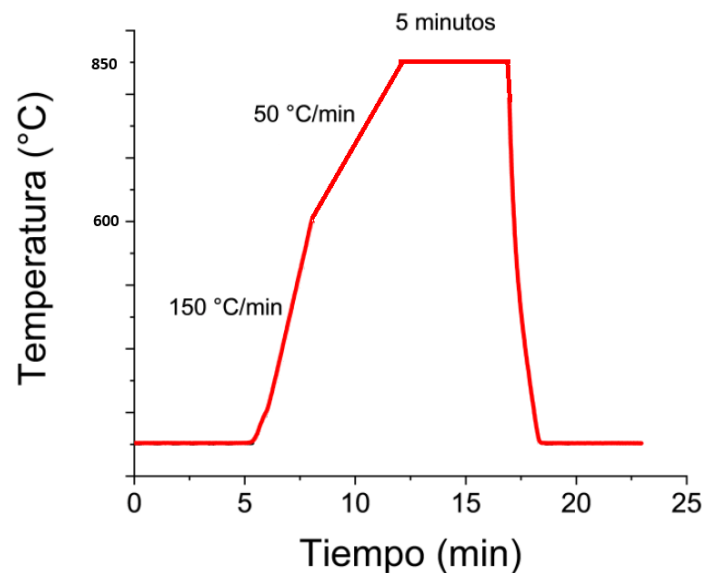


Figura 4-13. Curva de sinterizado para muestras de Cu-Ni-Al porosas.

4.2.8 Ensayo de Arquímedes

Para determinar la porosidad interconectada y la densidad de las muestras se realizó un ensayo de Arquímedes según la norma ASTM B 962-2017. Para realizar estas mediciones se utilizó una balanza analítica marca Mettler Toledo modelo ME204/M con capacidad máxima de 220 g y resolución de 0,1 mg, acompañado de un kit para ensayo de Arquímedes y una plancha de calentamiento marca BIOBASE BYODUSTRY modelo Hortplate HP6A. El procedimiento según norma consiste en [56]:

1. Se deben secar mediante ciclos de secado, los cuales consisten en registrar las masas de las muestras previamente, someter las muestras a una temperatura de 100°C durante 1 hora y luego verificar la diferencia entre las masas antes y después del ciclo. Si la diferencia entre estas mediciones es mayor a 0,01 g, se debe repetir el procedimiento. En caso de ser menor a 0,01 g, la última medición se asumirá como M_{seca} .
2. Sumergir las muestras en un vaso precipitado con agua destilada procurando que la muestra quede completamente sumergida.
3. Ubicar el conjunto de muestra, vaso precipitado y agua destilada sobre la plancha de calentamiento y calentar a una temperatura entre 90°C y 100°C durante 4 horas.
4. Habiendo transcurrido las 4 horas, se debe apagar la plancha de calentamiento, dejando reposar la muestra durante 24 horas a temperatura ambiente.
5. Se debe preparar el arreglo de la balanza para poder hacer las mediciones de M_{sum} y M_{sat} .
6. Para realizar la medición de la M_{sum} , se debe dejar la muestra sobre la malla que está por debajo de nivel de agua destilada.
7. Para realizar la medición de la M_{sat} , se debe retirar la muestra del agua destilada y remover el exceso de agua con un papel absorbente saturado con agua destilada.
8. El procedimiento se debe realizar 3 veces, pero en el caso de que los registros de M_{sum} y M_{sat} presenten diferencias mayores a 0,01 g, se debe repetir la medición hasta no presentar esta diferencia.
9. Habiendo completado el paso anterior de manera satisfactoria, se toman los valores promedio para masa saturada y masa sumergida en cada caso.



Figura 4-14. Arreglo para calentamiento de muestras sumergidas en agua destilada.

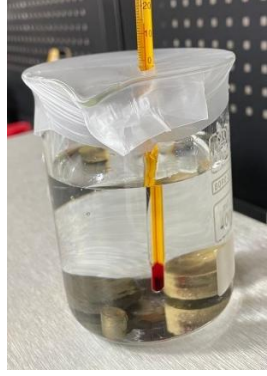


Figura 4-15. Arreglo de termómetro para calentamiento de muestras en agua destilada.

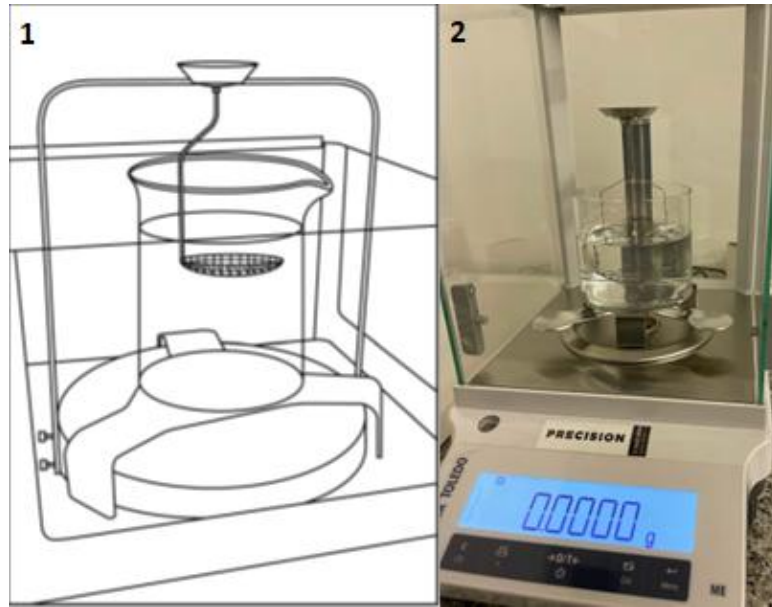


Figura 4-16. Arreglo para ensayo de Arquímedes (1) esquema según norma [56] (2) arreglo realizado en laboratorio.

Teniendo los datos de masa sumergida, masa saturada y masa seca, se calculó la densidad aparente, la densificación y la porosidad interconectada mediante las siguientes ecuaciones:

$$\rho_{arq.} = \frac{M_{seca}}{M_{sat} - M_{sum}} \quad (2)$$

$$Den. = \frac{\rho_{arq.}}{\rho_{teórica}} \quad (3)$$

$$P_i = \frac{M_{sat} - M_{seca}}{M_{sat} - M_{sum}} \quad (4)$$

Donde ρ_{arq} es la densidad aparente, $Den.$ es la densificación de la muestra P_i es la porosidad interconectada.

4.2.9 Preparación metalográfica

Corte

Se realizó una preparación metalográfica de las muestras fabricadas en base a la norma ASTM E3-11 para su posterior análisis mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. La cantidad de cortes y espesores de los mismo varió dependiendo de las muestras.

Para el primer caso, se hicieron cortes transversales que se realizaron a 2500 rpm y 0,01 mm/s de avance con un disco de corte de nitruro de boro cúbico (CBN-HC) de 200 mm de diámetro utilizando una máquina de corte modelo MECATOME T210 de la marca PRESI.



Figura 4-17. Máquina de corte modelo MECATOME T210 marca PRESI [86].

Para el segundo caso, se realizaron cortes de 1 mm de espesor con una máquina seccionadora de precisión alimentada por gravedad marca BUEHLER modelo IsoMet Low Speed, Para esto, también se utilizó un disco de corte de nitruro de boro cúbico, además de la utilización de refrigerante marca BUEHLER, modelo Cool 3.



Figura 4-18. Seccionadora de precisión marca BUEHLER modelo IsoMet Low Speed, utilizada para el corte de muestras de 10 mm.

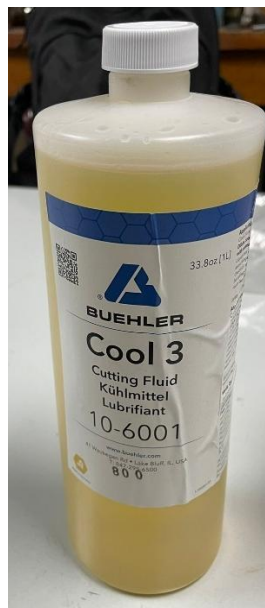


Figura 4-19. Lubricante marca BUEHLER modelo Cool 3, utilizado para el corte de muestras de 10 mm.

Teniendo las muestras cortadas, se realizó la limpieza de las muestras, la cual consistió en sumergir las muestras en agua y jabón en un equipo de ultrasonido durante 10 minutos. Posteriormente, se realizó una segunda limpieza, pero ahora sumergiendo las muestras en etanol durante 10 minutos. Finalmente, se procedió a realizar un secado en un horno a 110°C durante una hora.

Pulido

Posterior al corte, se realizó el protocolo de pulido utilizando una pulidora semiautomática marca BUEHLER modelo ECOMET 30. Este protocolo se divide en tres fases:

1. **Desbaste:** Consiste en pasar las muestras por lijas de carburo de silicio cada vez más finas: P600, P1200 y P2500. Para esto se desbasta con la primera lija, dejando rayas en una dirección en particular, posteriormente se pasa a la lija siguiente rotando la muestra en 90° procurando que todas las rayas de la lija anterior se hayan borrado.
2. **Pulido:** En este procedimiento se utilizó un paño de pulido Reflex PAD-MAG, además de una solución de alúmina. Para realizar el pulido se hicieron movimientos circulares de la muestra en contra del sentido de giro del paño, humedeciendo levemente el paño con alúmina cuando fuese necesario.
3. **Limpieza:** Este proceso se realizó en dos pasos. En el primero se sumergió la muestra en agua y jabón por 10 minutos en un equipo de ultrasonido y en el segundo se repitió el procedimiento, pero ahora sumergiendo la muestra en etanol. Por último, se secó la muestra con una pistola de calor a una temperatura de 110°C hasta que la muestra no presente restos de agua o etanol.



Figura 4-20. Pulidora semiautomática marca BUEHLER modelo ECOMET 30.

4.2.10 Microscopia óptica

Para observar la distribución de la porosidad de las muestras confeccionadas se utilizó un microscopio invertido marca Nikon modelo Eclipse LV100ND, acoplado a una cámara Nikon DS-Fi3. De esta forma se pudieron tomar registros asistidos por computadora mediante el software Image-Pro Plus.



Figura 4-21. Microscopio invertido marca Nikon Modelo Eclipse LV100ND.

4.2.11 Microscopia electrónica de barrido

Se caracterizaron las morfologías de los polvos (tanto esféricos como molidos) mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (FE-SEM). El procedimiento se realizó en un equipo marca Thermo Fisher Scientific de la línea Quatro S.

Para las muestras de polvos, estas se depositaron en una cinta adhesiva de carbón sobre un porta muestra de aluminio. El análisis SEM se realizó en alto vacío con detector de electrones secundarios Everhart-Thornley (ETD) a un voltaje de 30kV y a una distancia de trabajo de 10mm.

4.2.12 Análisis de Imagen

Teniendo en cuenta las imágenes obtenidas en la microscopía óptica, se analizaron parámetros físicos de las estructuras tales como la porosidad, el tamaño de poro, factor de forma, la densidad de poros y el diámetro equivalente mediante el uso del software Image-Pro Plus.

Por otra parte, se realizó un análisis de contigüidad de poros, el cual consta de 5 imágenes utilizando el objetivo 20X y 5 imágenes utilizando el objetivo 50X. Teniendo estas imágenes, se trazan 10 líneas como se muestra en la Figura 4-22.

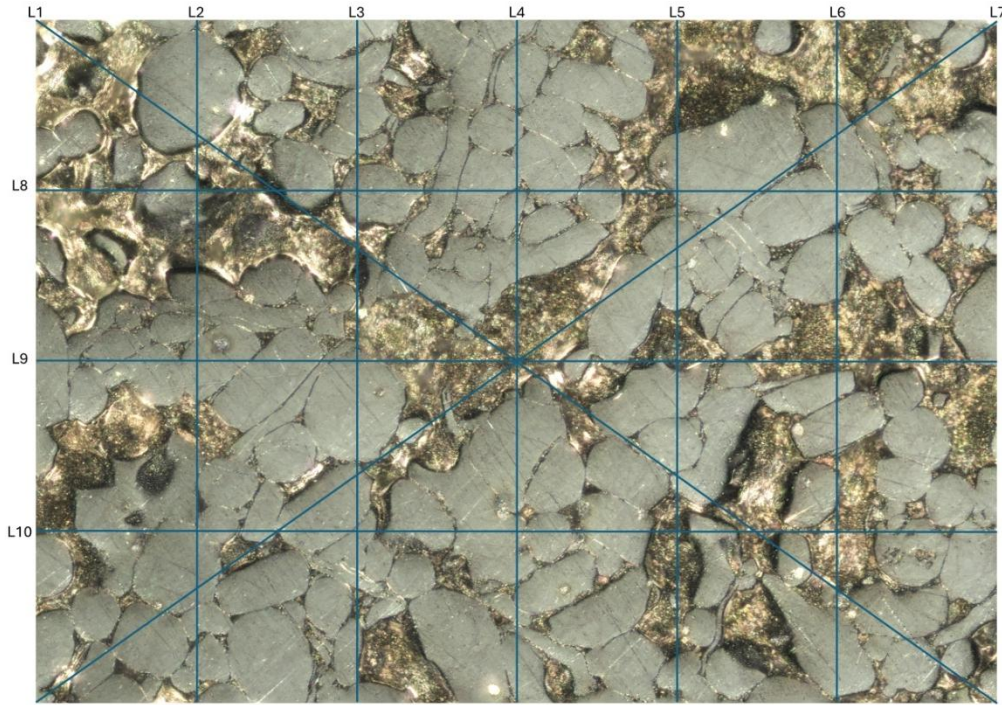


Figura 4-22. Ejemplo de imagen y líneas trazadas para análisis de contigüidad.

Teniendo las líneas trazadas, se procede a contar la cantidad de veces que hay una transición poro/poro y matriz/poro a lo largo de cada línea y posteriormente se calcula la contigüidad mediante la siguiente ecuación.

$$C_p = \frac{2N_{\text{poro/poro}}}{2N_{\text{poro/poro}} + N_{\text{matriz/poro}}} \quad (5)$$

En donde $N_{\text{poro/poro}}$ y $N_{\text{matriz/poro}}$ son la cantidad de transiciones entre poros y matriz-poro respectivamente.

$$\lambda = \frac{1}{1 - C_p} \frac{100 - P}{P} C_{eq} \quad (6)$$

4.2.13 Gravimetría

Con el fin de estudiar la resistencia a la corrosión de las muestras NAB fabricadas mediante FAST/SPS, se realizaron pruebas de corrosión según la norma ASTM G1-03(2017). Esta norma entrega directrices y recomendaciones para realizar dicho ensayo.

Para poder hacer el cálculo de velocidad de corrosión de las muestras a estudiar, se utiliza la siguiente ecuación.

$$\% \text{Pérdida de Masa} = \frac{M_{\text{final}}}{M_{\text{final}} - M_{\text{inicial}}} \quad (7)$$

Donde, M_{final} es la masa de la muestra después de la exposición a escoria de cobre y limpieza, M_{inicial} es la masa de la muestra antes de la exposición a la escoria de cobre.

$$Vel. de corrosión = (K \times W)/(A \times T \times D) \quad (8)$$

Donde, K corresponde a una constante ($8,76 \times 10^4 mm/y$), W es la pérdida de masa en gramos, A es el área inicial de la muestra en centímetros cuadrados, T es el tiempo de exposición de la muestra en horas y D es la densidad de la muestra en gramos por centímetro cúbico. La ecuación (8) entrega la velocidad de corrosión en milímetros por año.

Para poder obtener los datos respecto a la pérdida de masa de las muestras, se siguió el siguiente protocolo:

Preparación de muestras

Para asegurar una condición homogénea para todas las muestras en una etapa inicial, se realizó un ciclo de decapado antes de realizar la exposición a un ambiente corrosivo.

Esta limpieza consistió en:

1. Sumergir la muestra en un vaso precipitado con una solución de ácido sulfúrico (10% vol.) y agua destilada (90% vol.) durante 1 minuto.
2. Remover de la solución de ácido sulfúrico y agua destilada, limpiando con abundante agua destilada.
3. Cepillar suavemente con un cepillo, removiendo cualquier partícula corroída que haya quedado en la muestra.
4. Sumergir la muestra en un vaso precipitado con etanol y someter el conjunto al equipo de ultrasonido durante 10 minutos.
5. Remover la muestra de etanol y secar con una pistola de calor.
6. Mesar la muestra en una balanza analítica, verificando que la diferencia de masa con la medición anterior no sea mayor a 0,002 g. De ser mayor, se debe realizar otro procedimiento de decapado, hasta no presentar tal diferencia.

Exposición a escoria de cobre con temperatura

Para poder realizar la exposición de las muestras a escoria de cobre en ciclos de temperatura, se utilizaron crisoles de cerámica con aproximadamente 60 gramos de escoria de cobre, permitiendo así la cobertura total de la muestra.

En cuanto a la posición de la muestra dentro de la escoria de cobre, esta se debe posicionar de cierta forma que maximice el área vertical de esta, esto debido a que la corrosión se produce por gases que libera la escoria de cobre a alta temperatura. Para esto las muestras se ubicaron de forma vertical.

Teniendo las muestras montadas en la escoria de cobre, se procede a la disposición del arreglo dentro de la mufla marca Legrandtherm modelo LT41150 como se aprecia en la Figura 4-23.

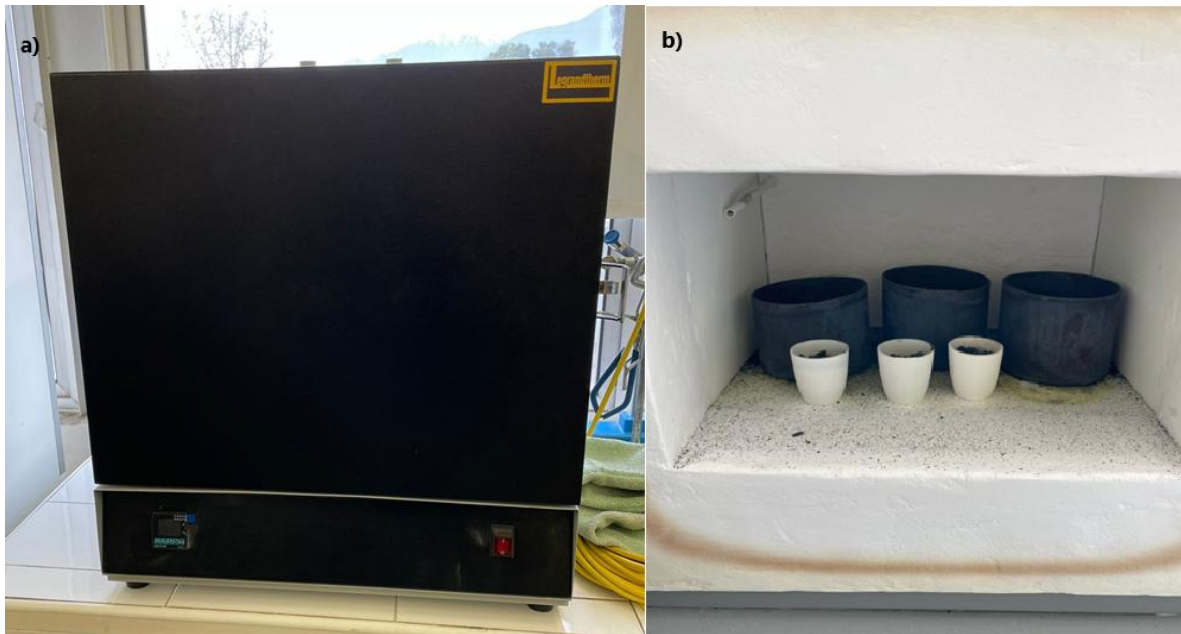


Figura 4-23. (a) Mufla marca Legrandtherm modelo LT41150, utilizado para realizar ensayo de corrosión a muestras NAB y (b) muestras dispuestas dentro de la mufla.

Con el fin de imitar los ciclos industriales de las sales fundidas en las plantas colectoras solares, se realizan ciclos de 24 horas, los cuales contemplan 5 horas de calentamiento hasta los 700°C, seguido de 19 horas de enfriamiento dentro de la mufla.

Decapado

Para poder estudiar la pérdida de masa debido a la corrosión en el ciclo de exposición a escoria de cobre, primero se debe remover todo el material que se haya corroído con una limpieza química. De manera similar a la de decapado inicial, se debió:

1. Sumergir la muestra en un vaso precipitado con una solución de ácido sulfúrico (10% vol.) y agua destilada (90% vol.).
2. Ubicar el vaso precipitado con la muestra en su interior en la máquina de ultrasonido durante 3 minutos.
3. Remover la muestra del vaso precipitado y lavar con abundante agua destilada.
4. Dejar secando la muestra en un horno a 65°C por aproximadamente 15 minutos.
5. Masar la muestra en una balanza analítica, verificando que la diferencia de masa con la medición anterior no sea mayor a 0,002 g. De ser mayor, se debe repetir el procedimiento de decapado hasta no presentar tal diferencia.

Habiendo realizado el protocolo de exposición a escoria de cobre, se procedió a calcular el Porcentaje de Pérdida de Masa y la Velocidad de Corrosión mediante las ecuaciones (7) y (8).

5 Resultados y Discusión

A continuación, se muestra una tabla con la denominación de las muestras fabricadas de manera exitosa, indicando sus dimensiones teóricas, porosidades teóricas, masas teóricas de polvos metálicos, masas teóricas de espaciador, dimensiones del espaciador, masa total teórica y la presión a la que se realizó la pre-compactación.

Tabla 5-1. Resumen con parámetros de muestras fabricadas correctamente.

Datos de muestras realizadas								
Muestra	Tamaño Carbonato de Amonio (μm)	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Porosidad (%)	Masa NAB (g)	Masa Carbonato de Amonio (g)	Masa Total (g)	Presión de pre-compactación (MPa)
A1	S/E	10	10	0	5,1617	0,0000	5,1617	1129
B1	S/E	30	10	0	46,4553	0,0000	46,4553	No Aplica
B2	S/E	30	10	0	46,4553	0,0000	46,4553	No Aplica

Para más información respecto a las muestras que no pudieron ser fabricadas de forma exitosa, consultar Anexo C.

5.1 Caracterización de Polvos

Mediante FE-SEM se obtuvieron las Figura 5-1 y **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, correspondientes a los polvos metálicos esféricos. Por otra parte, se tiene las imágenes de la Figura 5-2 y **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, las cuales corresponden a los polvos NAB después del ciclo de molienda mencionado en 4.2.1.

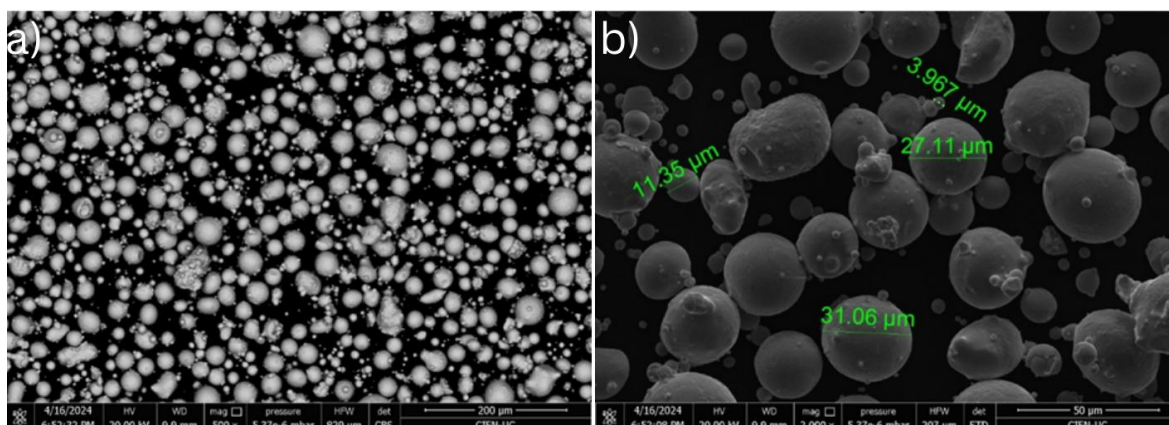


Figura 5-1. Imagen SEM de polvos comerciales con aumento de a) 650X y b) 2000X.

En cuanto a los polvos esféricos, se puede apreciar una regularidad de la morfología de los polvos, teniendo bordes suaves, sin cantos o superficies planas, una morfología común en polvos fabricados mediante procesos de atomización.

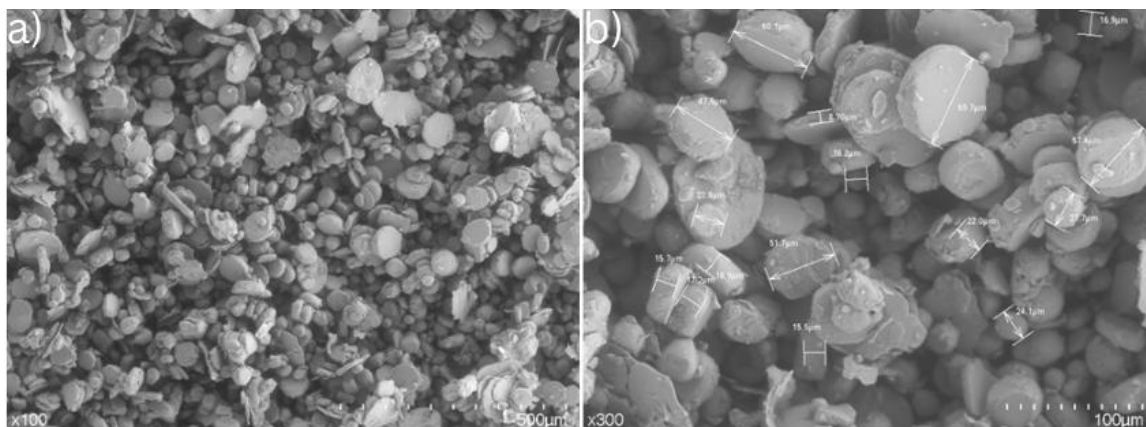


Figura 5-2. Imagen SEM de polvos molidos con aumento de a) 100X y b) 300X.

En cuanto a los polvos molidos, se aprecia una ruptura de esta morfología esférica presente antes de la molienda, lo que da paso a una morfología predominantemente irregular y angulada. Algunas partículas tienen una forma semiesférica o redondeada, pero la mayoría muestra bordes irregulares y superficies rugosas.

Esta pérdida de la morfología esférica de los polvos facilita su pre-compactación, ya que aumentan los puntos de contacto entre las partículas, lo que permite mantener la integridad la estructura después de ser retirada de la matriz [87].

5.2 Compactación Uniaxial

A continuación, se describen los resultados obtenidos de la compactación uniaxial de los polvos de aleación NAB, tanto de los polvos esféricos como de los polvos molidos.

5.2.1 Compactación polvos esféricos

En una primera oportunidad, se intentó realizar la pre-compactación de los polvos metálicos esféricos en la prensa manual, aumentando la presión final de manera gradual. Partiendo desde una presión de 456 MPa, se aumentó hasta la presión máxima admisible por la matriz según el cálculo presente en

Anexo A de 1129 MPa.

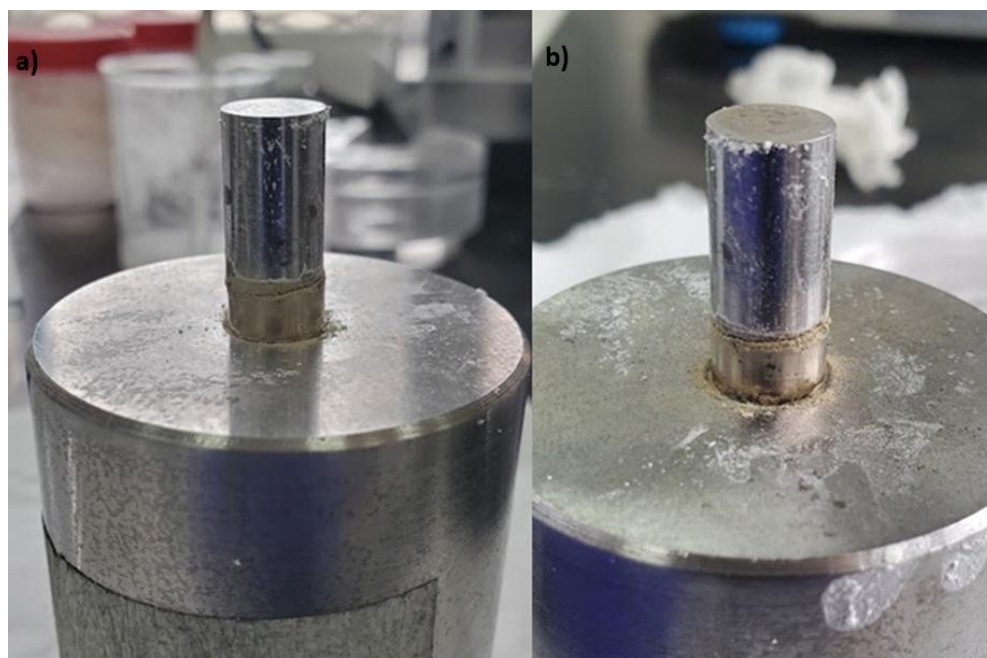


Figura 5-3. Compactación de aleación NAB esféricos (a) 835MPa y (b) 909 MPa.

Como se puede apreciar en la Figura 5-3, al retirar las muestras de la matriz, la muestra se rompió en discos transversales. Esto indica que la consolidación de los polvos no se pudo lograr, incluso en la presión máxima, en la que se obtuvo el mismo resultado.

La ruptura de los discos tras la pre-compactación de los polvos metálicos mediante prensas hidráulicas puede atribuirse a varios factores. Uno de los principales es la distribución desigual de la presión dentro de la matriz, lo que genera gradientes de densidad y zonas de baja cohesión [88]. Además, la fricción entre el polvo y las paredes de la matriz puede provocar defectos estructurales y acumulación de tensiones residuales [89]. Otro factor relevante es la insuficiente unión entre partículas en la etapa de pre-compactación, lo que deja regiones débiles y propensas a fracturarse al retirar la muestra del molde. Finalmente, la presencia de humedad ambiental o impurezas puede afectar la cohesión del material, favoreciendo la delaminación y fisuración prematura [90].

5.2.2 Compactación polvos molidos

Luego de una fallida pre-compactación de los polvos esféricos, se realizó la compactación de los polvos molidos a la presión máxima admisible por la matriz según los cálculos realizados en Anexo A, equivalente a 1129 MPa.

De esta manera, se pudieron obtener muestras pre-compactadas de manera íntegra, haciendo posible su manipulación posterior. En una primera instancia se pre-compactó la muestra A1, la cual no contó con la adición de carbonato de amonio.

Habiendo pre-compactado la muestra A1 sin espaciador, se procedió con la pre-compactación de las A2 hasta la A9 con carbonato de amonio con tamaño de partículas según los tamices de 45-53 μm . Estas muestras fueron pre-compactadas con prensa manual marca Across International

Debido a disponibilidad de equipos, las muestras M1 a M6 fueron compactadas en la Máquina de Ensayo Zick/Roell Z100. Por lo que solo se cuenta con los gráficos de compresión de estas muestras, el cual está presente en Anexo B.



Figura 5-4. Pre-compactación de muestra A1 con polvos molidos a 1129 MPa.

Teniendo en cuenta los resultados de la compactación de los polvos esféricos y los polvos molidos, los dos compactados a una presión de 1129 MPa, se puede decir que, para esta aleación, la morfología de las partículas juega un rol determinante en el comportamiento durante la compresión. La geometría esférica de los polvos genera un menor número de puntos de contacto entre las partículas, lo que dificulta la consolidación efectiva del material durante el proceso de compactación. Esta limitación en la consolidación afecta directamente las propiedades mecánicas de la muestra obtenida.

5.3 Remoción de Espaciador

A continuación, se presentan los resultados de la remoción de espaciador de las muestras NAB. Para eso se realizaron dos métodos de remoción de espaciador, uno a 60°C y otro a 40°C.

5.3.1 Remoción a 60°C

En una primera instancia se intentó remover el espaciador de carbonato de amonio para las muestras de la A2 a la A9, las cuales solo alcanzaron a ser expuestas a un primer ciclo de remoción de espaciador de 12 horas a 60°C. Esto debido a que, al retirar las muestras de la mufla para ser sometidas al segundo ciclo, se encontraron completamente deformadas y con indicios de haber pasado por una fase líquida.

Dentro de lo que se pudo constatar, los polvos se encontraron adheridos al vidrio reloj, por lo que, con ayuda de una pinza metálica, se intentaron despegar, desmoronándose la muestra como se ve en las figuras a continuación.

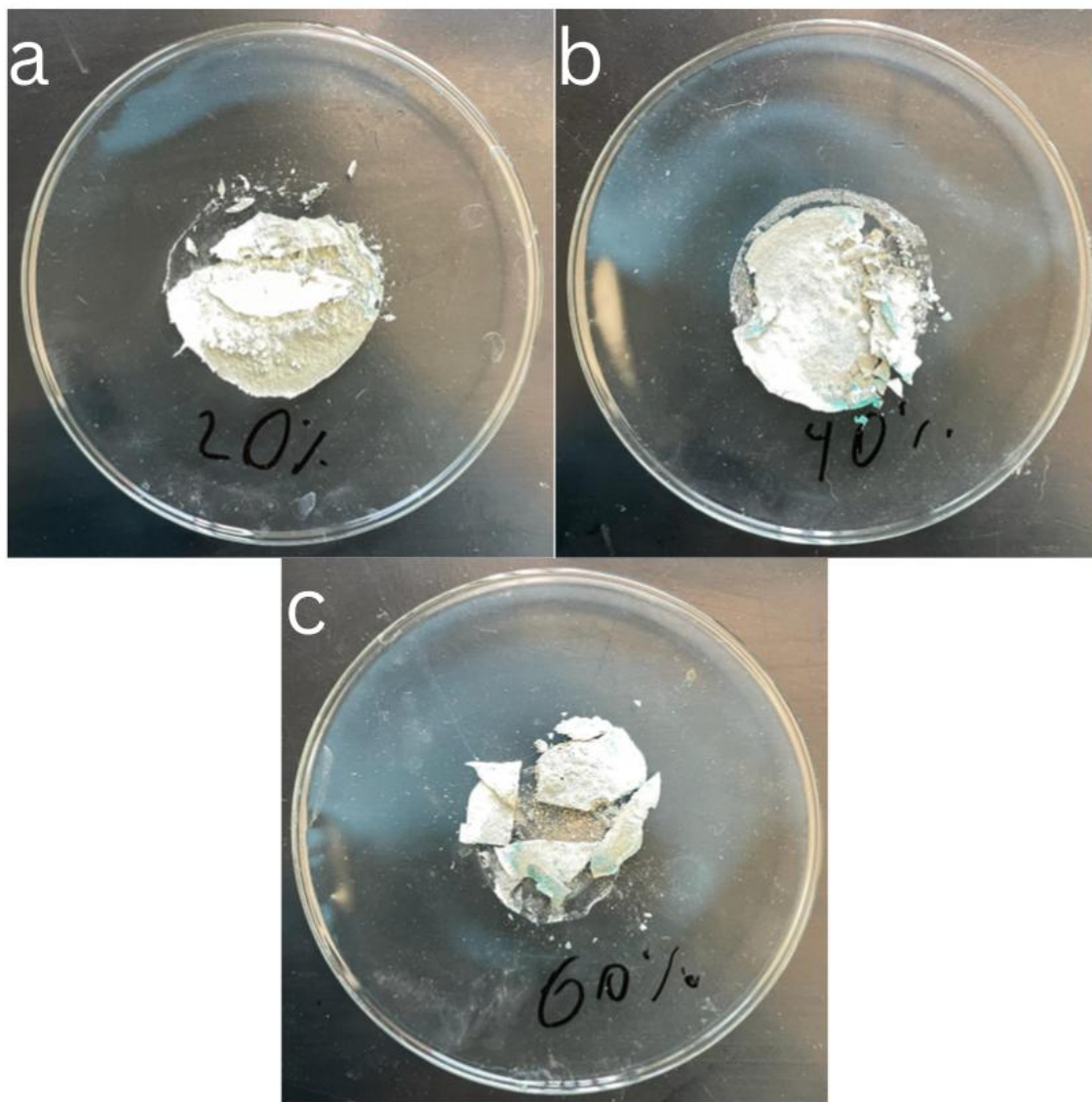


Figura 5-5. Muestra (a) A2 de 20%, (b) A3 de 40% y (c) A4 de 60% de espaciador después del ciclo de remoción de espaciador a 60°C.

Como se puede apreciar en la Figura 5-5, la diferencia en la cantidad de carbonato de amonio no fue un factor que determinara la posibilidad de remoción del carbonato de amonio, ya que todas las muestras sufrieron el mismo daño. Además, se pueden apreciar tonalidades verdosas o azules, lo que sugiere algún tipo de oxidación de los polvos debido a la temperatura. Esta oxidación se puede deber agua contenida en el carbonato de amonio debido a la propiedad de higroscopicidad al ser molido a tamaños inferiores a 125 μm .

5.3.2 Remoción a 40°C

Debido a los resultados de la remoción de espaciador a 60°C mencionados anteriormente, se realizó otro ciclo de remoción de espaciador a las muestras M1 a M6. Dichas muestras fueron expuestas a un solo ciclo de 48 horas a 40°C.

Los resultados de este ciclo de remoción se pueden apreciar en la Figura 5-6, la cual corresponde a la muestra M3 de 40% de porosidad. Este resultado se repitió de manera idéntica en la totalidad de las muestras que fueron expuestas a 40°C.

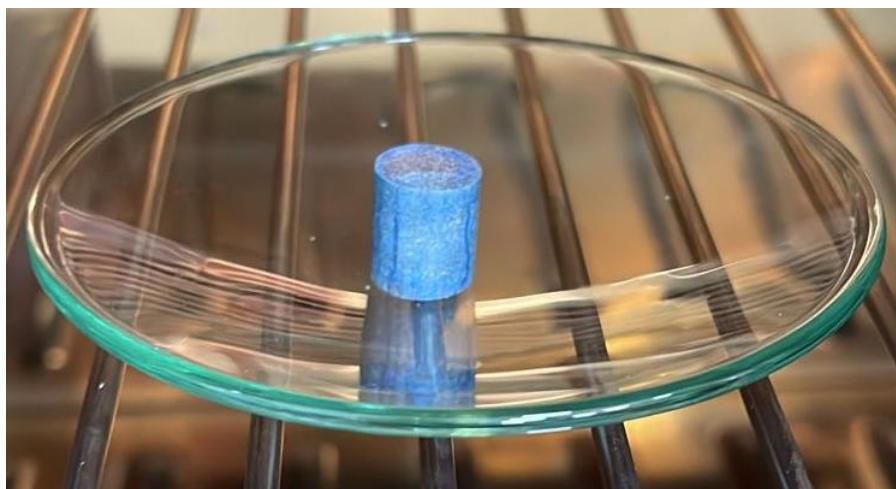


Figura 5-6. Muestra M3 de 40% de espaciador después del ciclo de remoción de espaciador a 40°C.

De la figura anterior, es posible apreciar una tonalidad azul en la muestra, la cual no estaba presente antes de la remoción del espaciador. Esto sugiere la ocurrencia de algún tipo de oxidación de los componentes, probablemente formando compuestos como óxido de cobre, dando el característico color azul observado. Este cambio de tonalidad puede estar relacionado con la reacción entre el carbonato de amonio, utilizado como espaciador y el cobre de la aleación, que genera carbonatos básicos de cobre durante la descomposición térmica del carbonato de amonio. Este comportamiento se repitió de manera consistente en la totalidad de las muestras que fueron sometidas a este ciclo, confirmando que el proceso induce modificaciones químicas superficiales en los materiales.

5.4 Sinterización FAST/SPS

Teniendo las muestras pre-compactadas y los polvos disponibles, se realizó el sinterizado de las muestras, de las cuales algunas fueron sinterizadas con polvos directamente en la matriz de sinterizado, otras fueron sinterizadas en formato de pre-compactos en matriz convencional y otras fueron sinterizadas en formato de pre-compactos, pero en matriz pressureless.

Todas las muestras se sinterizaron bajo los mismos parámetros mencionados anteriormente en el apartado 4.2.7, el cual corresponde a un sinterizado a 850°C durante 5 minutos.

5.4.1 Sinterización de Polvos

Para la sinterización de polvos metálicos, estos se introdujeron dentro de la matriz de grafito con los papeles de grafito correspondientes para evitar el pegado de la muestra a la matriz. Las muestras fabricadas de esta forma fueron las muestras B1 y B2, las cuales fueron fabricadas en una matriz de grafito de 30 milímetros de diámetro y 10 mm de altura aproximadamente. Dichas muestras fueron idénticas, por lo que se presenta en la Figura 5-7 la muestra B2.



Figura 5-7. Muestras B2 sinterizada.

5.4.2 Sinterización de muestra pre-compactada sin espaciador

Luego de la pre-compactación de la muestra sin espaciador, se procedió a realizar el sinterizado de esta muestra en la matriz pressureless. La muestra obtenida de dicho sinterizado se puede visualizar en la Figura 5-8.

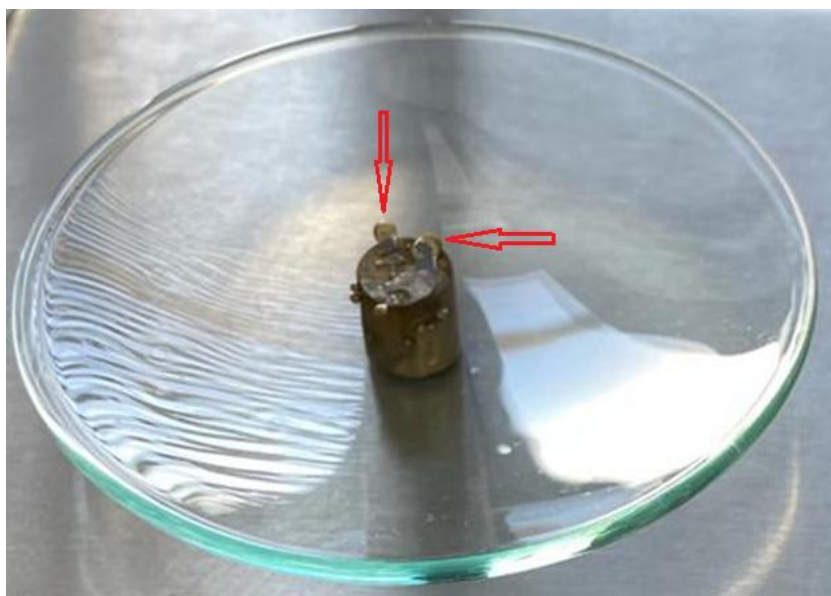


Figura 5-8. Muestra A1 sinterizada a 850°C en matriz sin presión.

A modo general, se pudo apreciar un correcto sinterizado de la muestra, la cual presentó una tonalidad similar a la vista en las muestras B1 y B2. Esta se pudo manipular de manera normal, teniendo una resistencia óptima para aquello.

Además, se pueden apreciar gotas de metal fundido que se acumularon en la parte superior. Esto sugiere una fundición de alguno de los compuestos metálicos de la aleación con menor punto de fusión, como el aluminio, los cuales, por efectos de la temperatura, pasaron a fase líquida y se depositaron en la cara superior.

5.4.3 Sinterización de pre-compactos porosos

En cuanto al sinterizado de las muestras porosas, inicialmente se sinterizaron las muestras M1, M3 y M5, las cuales fueron pre-compactadas y sometidas previamente a un ciclo de remoción de espaciador sin comprometer su integridad estructural. Estas muestras fueron sinterizadas utilizando una matriz con aplicación de presión, de 10 milímetros de diámetro.

Los resultados obtenidos fueron consistentes entre sí, evidenciando en todos los casos la presencia de una infiltración de fase líquida. Este fenómeno podría estar asociado a factores como la temperatura de sinterizado, la presión de compactación o el tiempo de exposición térmica. Sin embargo, considerando que la muestra A1 fue sinterizada exitosamente bajo las mismas condiciones de temperatura y tiempo, se puede inferir que la variable crítica corresponde a la presión aplicada durante el proceso.

Cabe destacar que, debido a limitaciones del equipo, la fuerza mínima que puede ser aplicada durante el sinterizado corresponde a 2 kN, lo que restringe la posibilidad de realizar procesos sin presión externa en esta configuración de matriz.



Figura 5-9. a) Muestra M1 y b) muestra M2 sinterizadas a 850°C en matriz con presión.

Tomando como experiencia lo mencionado anteriormente con la matriz con presión, se realizó el sinterizado de las muestras M2, M4 y M6 en la matriz sin presión. Esto esperando que, al no ejercerse una fuerza sobre la muestra, esta pueda conservar su estructura de mejor manera, evitando la infiltración de fase líquida.

En dicha experiencia se obtuvieron resultados similares, ya que no se pudieron obtener estructuras sinterizadas de manera correcta. Como se puede apreciar en la Figura 5-10, los polvos metálicos

aparentemente también pasaron a una fase líquida, produciéndose un escurrimiento de la muestra dentro de la matriz.



Figura 5-10. Interior de matriz pressureless después de haber sinterizado la muestra M2 a 850°C.

La infiltración de fase líquida es un fenómeno que puede ocurrir durante el sinterizado cuando alguna de las fases presentes en la aleación alcanza su punto de fusión parcial antes de completarse el proceso de densificación. Esto da lugar a la formación localizada de una fase líquida que, debido a la capilaridad, es absorbida por la red de poros de la muestra, redistribuyéndose a lo largo de su estructura. En el caso de las aleaciones Cu-Ni-Al, es posible que se generen regiones eutécticas o fases inter metálicas con temperaturas de fusión más bajas que la matriz principal, lo que facilita su licuefacción durante el calentamiento. Esta fase líquida puede migrar hacia regiones con menor densidad o mayor conectividad de poros, alterando la microestructura y dificultando la obtención de una porosidad controlada [91, 92].

5.5 Ensayo de Arquímedes

Mediante el ensayo de Arquímedes se pudo determinar la densidad aparente y la porosidad interconectada de las muestras A1, B1 y B2. Estos resultados se presentan en la Tabla 5-2.

Tabla 5-2. Datos obtenidos de ensayo de Arquímedes realizado a muestras sinterizadas correctamente.

Resultados Ensayo de Arquímedes						
Muestra	Masa Seca (g)	Masa Sumergida Promedio (g)	Masa Saturada Promedio (g)	Densidad Aparente (g/cm ³)	Densificación (%)	Porosidad Interconectada (%)
A1	4,7945	4,1271	4,9057	6,1581	93,70	14,28
B1	46,9456	40,0557	48,2750	5,7117	86,91	16,17
B2	23,2293	19,9530	24,0364	5,6887	86,56	19,77

También, de manera complementaria, se presentan los gráficos de los resultados de densidad aparente y de porosidad interconectada realizados mediante el ensayo de Arquímedes en la Figura 5-11.

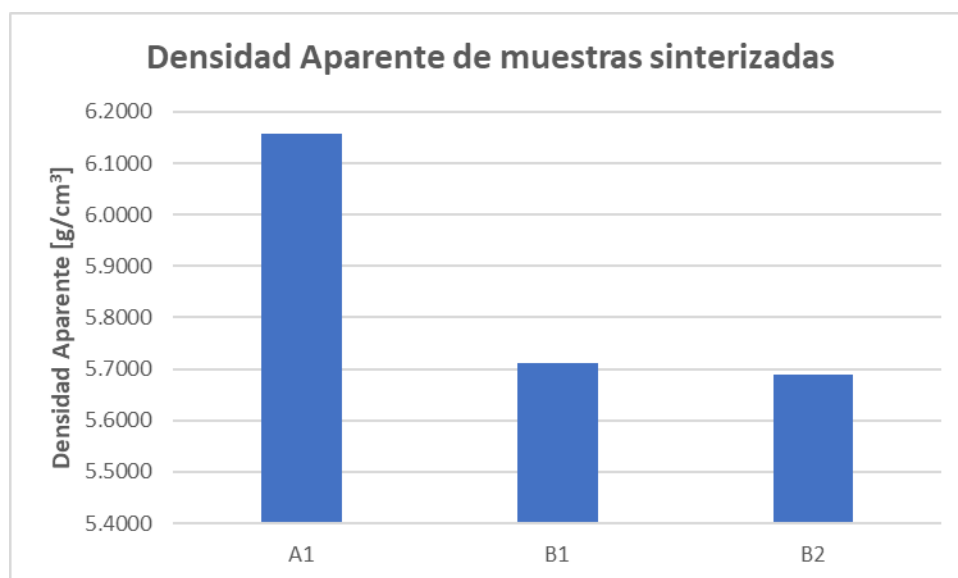


Figura 5-11. Gráfico de densidad aparente mediante ensayo de Arquímedes de muestras sinterizadas.

A partir del gráfico anterior y de los datos presentados en la Tabla 5-2, se observa que la muestra A1, pre-compactada y posteriormente sinterizada en matriz pressureless, presenta una densidad mayor en comparación con las demás. En contraste, las muestras B1 y B2, sinterizadas directamente a partir de polvos en matriz con presión, exhiben densidades similares entre sí. Esto último sugiere una consistencia en la densidad obtenida al utilizar el método de sinterización con matriz con presión.

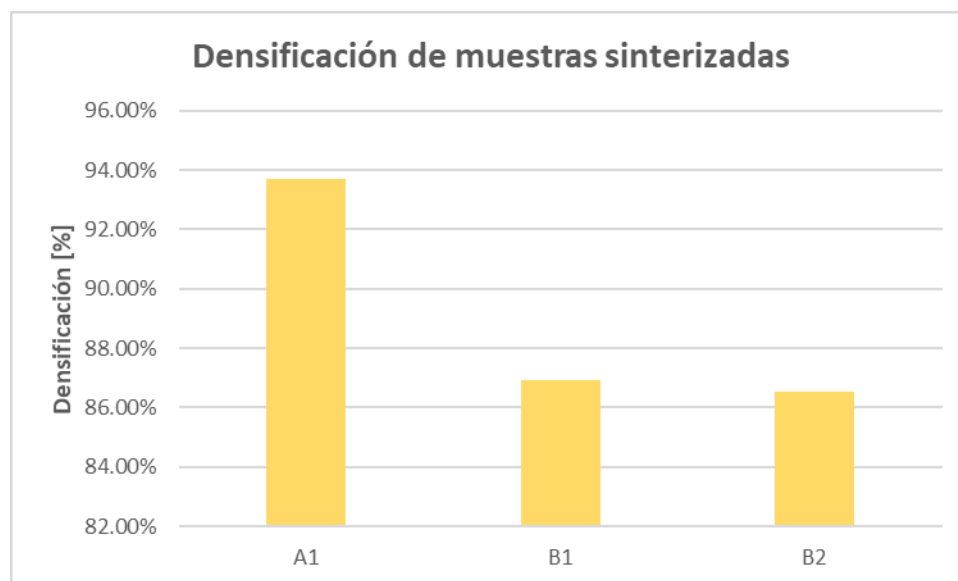


Figura 5-12. Gráfico de densificación mediante ensayo de Arquímedes de muestras sinterizadas.

Este comportamiento también se evidencia en la Figura 5-12, donde se observa que la muestra A1 presenta una mayor densificación en comparación con las muestras B1 y B2. Dado que todas las muestras fueron sinterizadas bajo un mismo ciclo, pero utilizando matices diferentes, los resultados

indican que el proceso de pre-compactación seguido de sinterización en matriz pressureless favorece una mayor densificación de la muestra. En cambio, el uso de una matriz con presión con polvos sin pre-compactar, combinado con la presión mínima aplicada por el equipo, resulta en una densificación menor.

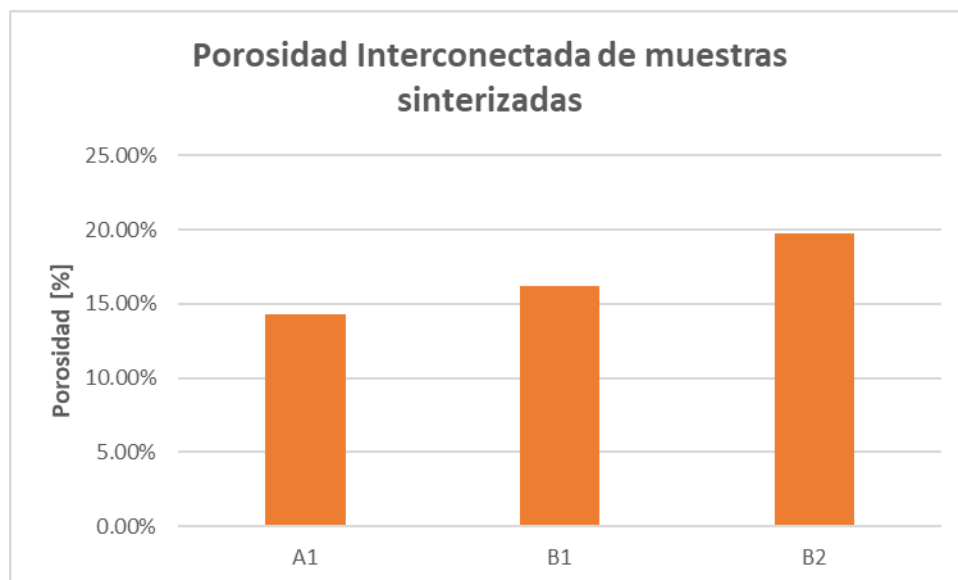


Figura 5-13. Gráfico de porosidad interconectada mediante ensayo de Arquímedes de muestras sinterizadas.

Por otro lado, al analizar los resultados de porosidad interconectada obtenidos mediante el ensayo de Arquímedes, se observa que, aunque la muestra A1 presenta menor porosidad, lo cual es coherente con el resultado de densificación, las diferencias con la muestra B1 y B2 son relativamente pequeñas

5.6 Preparación Metalográfica

Para llevar a cabo la microscopía óptica y análisis de imagen correspondiente, se realizó la preparación metalográfica de las muestras sinterizadas de manera exitosa.

5.6.1 Corte

En primera instancia, se realizó el corte de la muestra B2 con ayuda de la máquina de corte de la marca PRESI. Como se puede apreciar en la Figura 5-14, la muestra B2 fue cortada en láminas de 2-3 milímetros de espesor, dejando a la vista el interior de la muestra, evidenciando un gradiente de sinterizado inusual en este tipo de muestras. Además, al raspar suavemente las caras expuestas de la muestra, se observó la liberación de polvos metálicos, lo que indica que el sinterizado en la parte interna de la muestra no fue completamente efectivo.



Figura 5-14. Muestra B2 cortada en láminas de 2-3mm.

En cuanto a la muestra A1, se le realizaron cortes con ayuda de la máquina de corte marca Buehler, con la que se cortaron láminas de 1,5 milímetros de espesor. Dichas muestras no se lograron cortar en círculos completos, ya que la fragilidad de la estructura no lo permitió. Los cortes de muestra se pueden observar en la Figura 5-15.



Figura 5-15. Muestra A1 cortada en láminas de 1,5 milímetros de espesor.

Si bien, no se pudieron obtener los círculos completos como se hubiese deseado, los cortes obtenidos si permiten ser estudiados en ciclos de exposición para realizar ensayos gravimétricos.

5.6.2 Pulido

En cuanto al pulido de las muestras, solo se lijaron las muestras A1 y B1, ya que al notar durante el corte un gradiente de sinterizado en la muestra B2 y el desprendimiento de polvos de dicha muestra, se tomó la decisión de no realizar el procedimiento de pulido con dicha muestra.

Teniendo en cuenta la condición de sinterizado de la muestra B2, se realizó el lijado de la muestra B1 en la cara superior. Al proceder con dicho procedimiento, se pudo ver un desprendimiento de polvos inusual de polvos metálicos, dejando en mayor evidencia el sinterizado incompleto de las muestras B1 y B2. Este resultado se puede apreciar en la Figura 5-16.



Figura 5-16. Muestra B1 pulida por cara superior.

En cuanto a la muestra A1, esta se pudo pulir de manera normal, aumentando gradualmente las lijas al agua hasta llegar a 2500. Posterior a esto se realizó el pulido con paño de pulido y alúmina, revelando la microestructura de la muestra sinterizada. Es en este último procedimiento en donde se pudieron apreciar las partículas de los poros de la muestra, dando cuenta de una porosidad mayor en la zona media de la muestra, dejando una porosidad menor en la zona central y la zona exterior.



Figura 5-17. Muestra A1 pulida.

5.7 Microscopía Óptica

Teniendo la muestra pulida, se realizó la microscopía óptica con diferentes objetivos y en diferentes zonas de la cara pulida. En este procedimiento se pudieron apreciar los poros y los cuellos de sinterizado de los polvos metálicos. De dicho procedimiento se obtuvieron las imágenes presentes en la Figura 5-18.

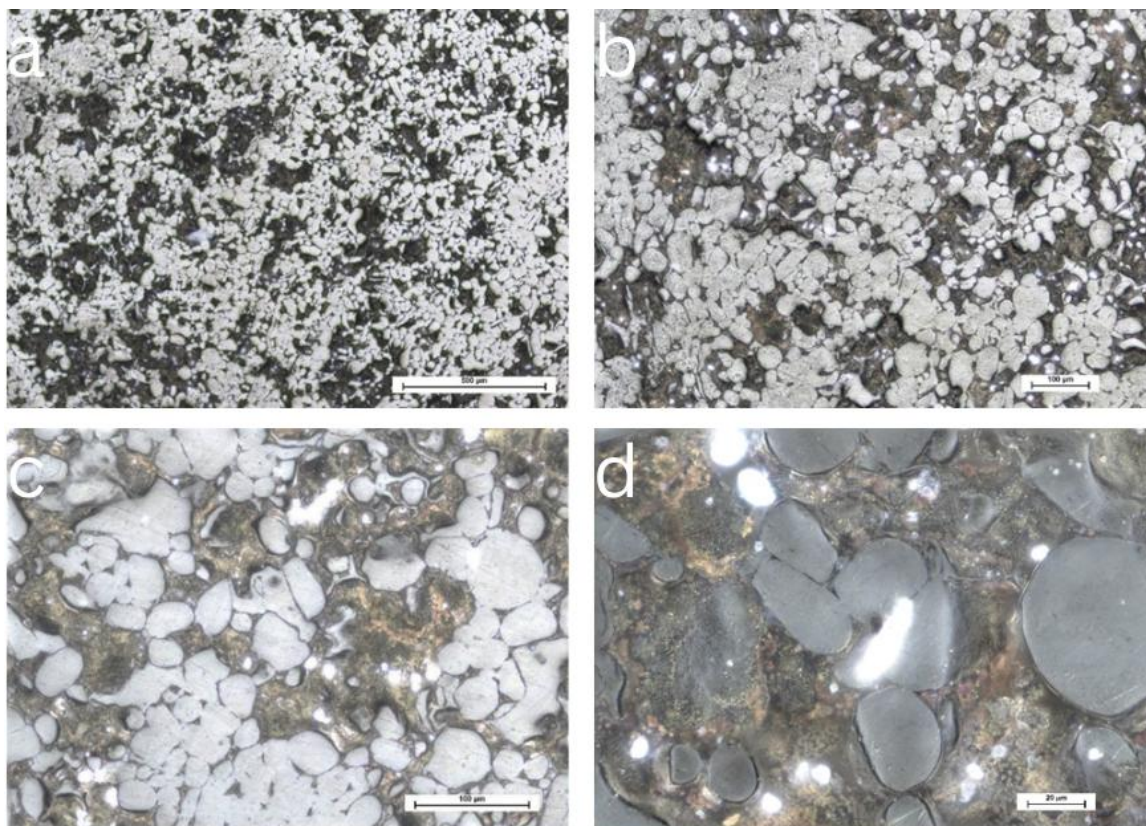


Figura 5-18. Microscopía óptica muestra A1 con objetivo de (a) 5X, (b) 10X, (c) 20X y (d) 50X.

Analizando la generalidad de las tomas obtenidas, se apreció una diferencia en el tamaño de poros entre las imágenes obtenidas en la zona central, en la zona media y en la zona externa de la muestra, obteniéndose mayores poros en la zona media y poros menores en la zona central y externa. Este hecho confirma lo observado después del pulido de la muestra.

En cuanto a la forma de dichos poros, a modo general, se observan poros irregulares, los cuales se generan por la usencia de partículas metálicas en ciertos espacios lo cual sugiere defectos en el proceso de sinterizado.

Por último, los cuellos de sinterizado presentados entre las partículas de polvos metálicos no se ven del todo formadas, ya que, en la mayoría de los casos, se puede distinguir completamente la interfaz entre partículas. Esto puede tener múltiples causas, como la temperatura de sinterizado, el tiempo de sinterizado, la rampa de calentamiento o la presión aplicada a la muestra durante la sinterización.

5.8 Microscopía Electrónica de Barrido

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) para las muestras sinterizadas. Este análisis permitió examinar en detalle la morfología superficial. Las imágenes obtenidas también complementan los resultados previos, como el ensayo de Arquímedes y la microscopía óptica.

5.8.1 Muestra A1

En primer lugar, se aprecian claramente las partículas de polvos en la Figura 5-19, dando cuenta de los poros y del tamaño de estos. Además, se puede visualizar lo mencionado anteriormente con las

imágenes de microscopía óptica, en donde se aprecia una mayor porosidad en la zona media de la muestra y una menor porosidad en la zona central y externa.

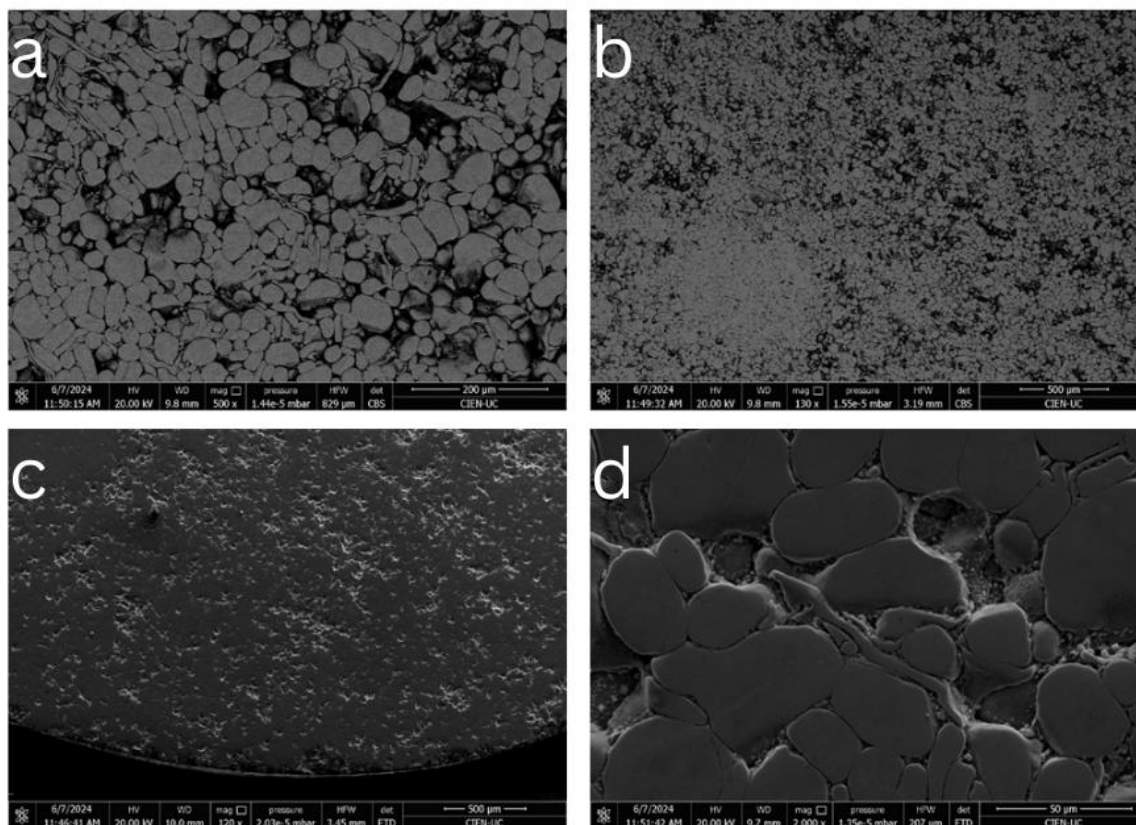


Figura 5-19. SEM muestra A1 a (a) 500X, (b) 130X, (c) 120X y (d) 200X.

Asimismo, en la Figura 5-19 (d), se aprecian de mejor manera los cuellos de sinterizado generados de manera incompleta, distinguiéndose a cabalidad la interfaz entre partículas, fenómeno también evidenciado en la microscopía óptica.

5.9 Análisis de Imagen

Mediante las imágenes obtenidas mediante microscopía óptica se realizó el análisis de imagen correspondiente, pudiendo obtener parámetros como la porosidad de la muestra, la distribución de los tamaños de poros, el factor de forma y la distancia media entre poros. Los resultados completos de dicho análisis de imagen se presentan en la Tabla 5-3.

Tabla 5-3. Resumen de parámetros obtenidos mediante análisis de imagen para muestra A1.

Parámetros muestra A1	
Parámetro	Valores
Porosidad [%]	45,1±6,3
Diámetro Equivalente [μm]	2,10±0,86
Factor de Forma [-]	0,95±0,01
Contigüidad [-]	0,50±0,09
Distancia media entre poros [μm]	5,10±2,54

5.9.1 Porosidad

En cuanto a la porosidad obtenida mediante el análisis de imagen, se observa una diferencia significativa al compararla con la porosidad interconectada obtenida mediante el ensayo de Arquímedes. Es en este último caso, en donde la porosidad obtenida es de 14,28%, lo que significa una diferencia de 30,8% con la porosidad obtenida mediante análisis de imagen. Esta gran discrepancia que se presenta entre los resultados puede indicar que existe una alta presencia de poros cerrados, los cuales, mediante el ensayo de Arquímedes no pueden ser revelados.

Una segunda causa de la diferencia entre los resultados puede ser la presencia de poros muy pequeños, lo que dificulta la penetración del líquido de medición utilizado en el ensayo de Arquímedes.

5.9.2 Diámetro equivalente

Según los resultados presentados en la Tabla 5-3, un diámetro equivalente de poros de $2,0983 \pm 0,8611 \mu\text{m}$ indica que los poros presentados en la muestra A1 son relativamente pequeños. Esta información podría confirmar una de las causas de la diferencia entre las porosidades obtenidas por diferentes métodos.

Por otra parte, un diámetro equivalente pequeño puede ser beneficioso para propiedades como la resistencia mecánica o la resistencia a la corrosión en estructuras de base cobre [93, 94]. Aun así, esta última propiedad debe ser evaluada en el contexto específico en el que se quiere aplicar la estructura estudiada.

5.9.3 Factor de forma

Por su parte, un factor de forma cercano a 1, indica que el proceso de sinterizado ha resultado en poros de forma regular y cercanos a esféricos. En cuanto al factor de forma de 0,9529 presentado en la Tabla 5-3, este se puede traducir mejores propiedades mecánicas debido a que la distribución de las tensiones tiende a ser más uniforme.

Por otra parte, los poros esféricos presentan una menor superficie expuesta a los agentes corrosivos, en comparación a los poros irregulares, lo que puede mejorar la resistencia a la corrosión del material.

5.9.4 Distancia media entre poros

En cuanto a la distancia media entre poros, se obtuvo un valor de $5,1 \mu\text{m}$, lo que indica que los poros presentes en la estructura están relativamente cercanos entre sí. Esto tiene diversas implicancias en las propiedades del material, como lo son las propiedades mecánicas, las propiedades térmicas, las propiedades eléctricas o la resistencia a la corrosión.

Respecto a las propiedades mecánicas, estas tienden a mejorar con una mayor distancia media entre los poros. Sin embargo, un factor relevante es la uniformidad de dicha distancia, ya que una distribución no homogénea puede generar puntos de concentración de esfuerzos, favoreciendo la fractura del material y, por ende, su falla.

En cuanto a las propiedades térmicas y eléctricas, la distancia media entre poros influye negativamente, ya que interrumpe las trayectorias de conducción, reduciendo así su eficiencia.

Por último, la resistencia a la corrosión puede verse afectada de manera negativa si la distancia entre poros disminuye, facilitando la penetración de agentes corrosivos y la generación de caminos para la corrosión.

No obstante, los resultados obtenidos deben ser contrastados mediante ensayos que evalúen directamente cada una de las propiedades estudiadas, con el fin de obtener una cuantificación precisa de las mismas

5.9.5 Distribución de tamaño de poro

En la Figura 5-20 se muestra la distribución del tamaño de poros de la muestra A1, donde se considera la totalidad de los poros obtenidos mediante el análisis de imagen, presentando un tamaño de poro mínimo de 0,18 μm y máximo de 1547,44 μm .

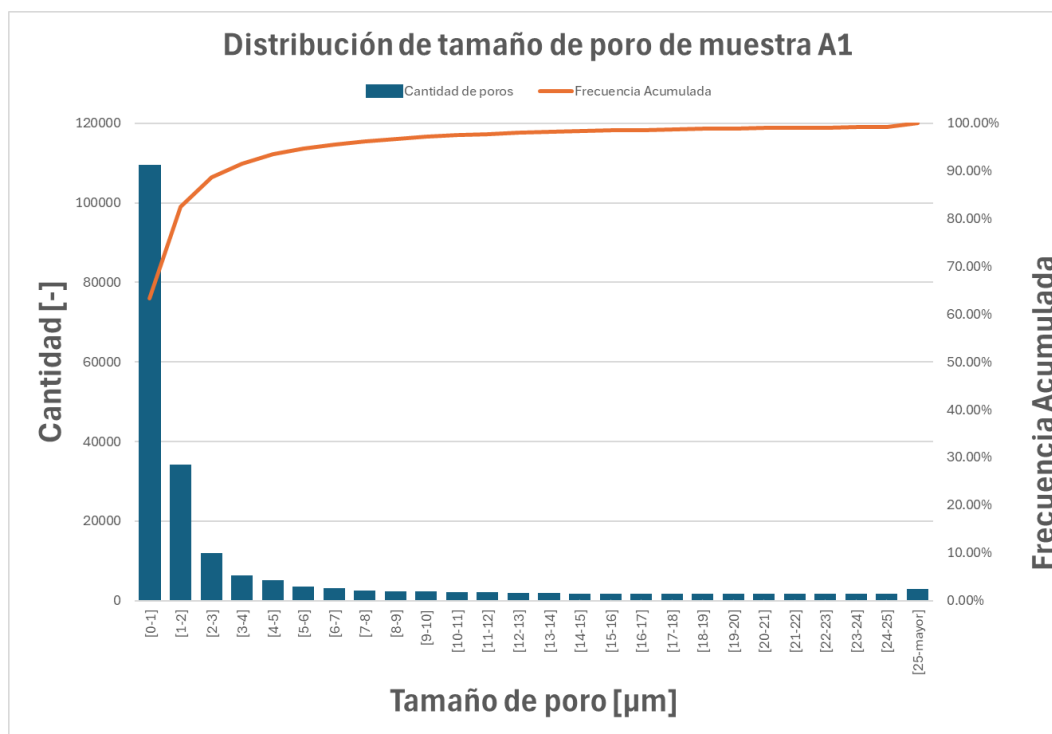


Figura 5-20. Histograma de la distribución de poros en muestra A1.

6 Como se puede apreciar en la Figura 5-20, la mayor cantidad de poros se presentaron en un rango de 0 a 1 μm , siendo el 63,33% del total. Este porcentaje aumenta a un 91,49% si se considera el rango desde 0 a 4 μm , de acuerdo con los datos del análisis de imagen presentado en Anexo C

Resumen de muestras fabricadas tanto de manera exitosa como fallida

Tabla 11-1. Resumen de muestras.

Datos de muestras realizadas								
Muestra	Tamaño Carbonato de Amonio (μm)	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Porosidad (%)	Masa NAB (g)	Masa Carbonato de Amonio (g)	Masa Total (g)	Presión de pre-compactación (MPa)

A1	S/E	10	10	0	5,1617	0,0000	5,1617	1129
A2	45-53	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
A3	45-53	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
A4	45-53	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
A5	45-53	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
A6	45-53	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	1129
A7	45-53	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
A8	45-53	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
A9	45-53	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	1129
B1	S/E	30	10	0	46,4553	0,0000	46,4553	No Aplica
B2	S/E	30	10	0	46,4553	0,0000	46,4553	No Aplica
M1	106-125	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
M2	106-125	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	800
M3	106-125	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
M4	106-125	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	800
M5	106-125	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	800
M6	106-125	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	800

Anexo . Aunque también se identificaron tamaños de poro considerablemente mayores a los mencionados a los rangos anteriores, en donde se presentan poros significativamente mayores, superando los 25 μm , estos representan solo el 0,79% del total de poros contabilizados y están distribuidos desde los 25 μm hasta los 1547,44 μm .

El poro de 1547,44 μm detectado en el análisis de imagen probablemente se deba a un error del software de segmentación, el cual pudo haber fusionado varios poros cercanos en una única entidad o interpretados artefactos de la imagen, como sombras o irregularidades del pulido, como un poro de gran tamaño. Además, considerando que este valor es significativamente mayor que el resto de la distribución es estadísticamente anómalo. También pueden existir problemas en la calibración de escala o resolución de la imagen, lo que afecta la medición.

6.1 Gravimetría

En primera instancia, se estimó el área expuesta de las muestras a las que se les realizó el ensayo de corrosión, para esto se tomaron medidas del ancho de las muestras y se estimaron las áreas y perímetros de las caras superiores e inferiores. Dichas mediciones se presentan en la Tabla 6-1.

Tabla 6-1. Cálculo de áreas de muestras cortadas para gravimetría.

	Medidas de muestras cortadas y área total					
	Área [mm^2]	Perímetro [mm]	Espesor 1 [mm]	Espesor 2 [mm]	Espesor 3 [mm]	Área total [mm^2]
FB.1.A	52,39	28,39	0,64	0,64	0,62	124,82
FB.1.B	54,19	29,22				
FB.2.A	51,53	29,48	0,75	0,69	0,65	123,62
FB.2.B	51,71	29,02				
FB.3.A	57,85	30,40	1,52	1,17	1,24	156,86
FB.3.B	59,41	30,07				

6.1.1 Decapado Inicial

Una vez las muestras fueron medidas en su estado inicial, se procedió con un decapado inicial, el cual tuvo como objetivo garantizar la limpieza de las muestras antes de ser expuestas a un primer ciclo de exposición a escoria de cobre. Se puede apreciar la forma de organizar el desarrollo de la limpieza en la Figura 6-1.



Figura 6-1. Organización de muestras previo a decapado inicial.

6.1.2 Exposición a escoria de cobre con temperatura

Siguiendo el procedimiento descrito, se realizó la exposición de las muestras a escoria de cobre a alta temperatura. Como primer paso, las muestras fueron colocadas en soportes de forma vertical, como se muestra en la Figura 6-2 , para garantizar una distribución uniforme del material corrosivo durante la prueba. A continuación, las muestras fueron cubiertas con escoria de cobre, tal como se observa en la Figura 6-3, asegurando un contacto adecuado con el material de estudio.



Figura 6-2. Muestra enterrada parcialmente inicialmente de forma vertical.



Figura 6-3. Muestra enterrada completamente.

Posteriormente, las muestras junto con la escoria fueron ubicadas en el interior del horno, cuya disposición se puede apreciar en la Figura 6-4. Este paso permitió someter las muestras a las condiciones térmicas y químicas necesarias para evaluar el comportamiento frente a la escoria.



Figura 6-4. Crisoles con muestras enterradas en escoria de cobre dentro del horno.

Finalmente, las muestras fueron retiradas del horno tras completar el ciclo de exposición, tal como se muestra en la Figura 6-5. En esta etapa se puede observar tanto el estado final de las muestras como los residuos de la escoria adherida, destacando los cambios físicos generados durante el proceso.

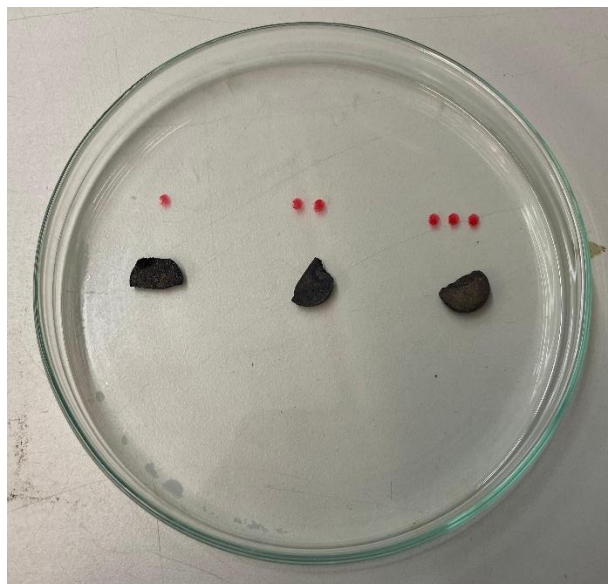


Figura 6-5. Estado muestras después de la exposición a escoria de cobre de 3 ciclos.

6.1.3 Decapado posterior a exposición

De manera similar al procedimiento inicial, se realizó el decapado de las muestras después de su exposición a escoria de cobre. Durante este proceso, surgieron ciertas dificultades, principalmente relacionadas con el ajuste de los tiempos de decapado. Aunque las normativas proporcionan directrices generales para realizar este procedimiento, fue necesario realizar ajustes específicos para garantizar la eliminación completa de las partículas corroídas presentes en las muestras.

Como consecuencia de estas dificultades, los resultados obtenidos tras la primera exposición a escoria de cobre, que consistió en un único ciclo de un día, no fueron considerados válidos. Esto se debió a un aumento en la masa de las muestras, atribuido a la formación de depósitos de escoria de cobre sobre su superficie. Sin embargo, este fenómeno no se observó en las exposiciones posteriores, gracias a los ajustes realizados en el proceso de decapado. Estas modificaciones permitieron obtener muestras completamente limpias, libres de escoria visible y con resultados más representativos de su comportamiento frente a la corrosión.

6.1.4 Pérdida de masa y velocidad de corrosión

Según el procedimiento mencionado anteriormente, se calculó la pérdida de masa y la velocidad de corrosión para 3 y 10 ciclos para las muestras NAB, los cuales se pueden comparar con los mismos ensayos realizados a muestras de acero al carbono SAE 1020 y acero inoxidable 316L.

Tabla 6-2. Resumen de porcentajes de pérdidas de masa para muestras NAB, Acero al Carbono y Acero Inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.

Pérdida de Masa (%)			
Cantidad de Ciclos	NAB	Acero al Carbono	Acero Inoxidable
3 ciclos	2,09±0,95	22,10±1,31	0,96±0,05
10 ciclos	10,08±2,46	39,25±3,11	0,86±0,07

Según lo que se presenta en la Tabla 6-2, para el caso de 3 ciclos, la menor pérdida de masa se produjo con las muestras de acero inoxidable, seguido por las aleaciones NAB y, muy por debajo, las muestras de acero al carbono. La diferencia en pérdida de masa entre las muestras de acero inoxidable y las muestras NAB es de 1,13%. Al considerar esta diferencia en términos relativos, esta corresponde al 54,07% respecto a la pérdida de masa de las muestras NAB.

Para el caso de 10 ciclos de exposición, el comportamiento sigue una tendencia similar, registrándose una menor pérdida de masa en las muestras de acero inoxidable, seguidas por las muestras NAB y, finalmente, las de acero al carbono. En este caso, la diferencia en pérdida de masa entre las muestras de acero inoxidable y NAB alcanza 9,22%, lo que equivale a una diferencia relativa de 91,46% con respecto a la pérdida de masa de las muestras NAB.

De este modo, al comparar las diferencias relativas entre las muestras NAB y las muestras de acero inoxidable, se observa que, a medida que aumenta el tiempo de exposición, la diferencia relativa entre los materiales tiende a incrementarse significativamente.

Tabla 6-3. Resumen de velocidades de corrosión para muestras NAB, Acero al Carbono y Acero Inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.

Velocidad de Corrosión (mm/año)			
Cantidad de Ciclos	NAB	Acero al Carbono	Acero Inoxidable
3 ciclos	0,00614±0,00110	8,97096±0,55572	1,63242±0,07874
10 ciclos	0,00925±0,00181	4,81029±0,38438	0,45127±0,03580

De acuerdo con los datos presentados en la Tabla 6-3, para el caso de 3 ciclos de exposición, se observa que las muestras con menor velocidad de corrosión corresponden a las aleaciones NAB, seguidas de las muestras de acero inoxidable y, por último, las muestras de acero al carbono. Al analizar la diferencia en velocidad de corrosión entre las muestras NAB y las muestras de acero

inoxidable, esta es de 1,6262 mm/año en términos absolutos, lo que equivale a una diferencia relativa del 99,62% respecto a la velocidad de corrosión del acero inoxidable.

Para el caso de 10 ciclos de exposición, se mantiene una tendencia similar, donde las velocidades de corrosión más bajas se presentan en las muestras de NAB, seguidas de las muestras de acero inoxidable y, finalmente, las de acero al carbono. La diferencia en velocidad de corrosión entre NAB y acero inoxidable, en este caso, es de 0,44202 mm/año en términos absolutos, lo que corresponde a una diferencia relativa de 97,95% respecto a la velocidad de corrosión del acero inoxidable.

Estos resultados muestran que, aunque las diferencias relativas disminuyen ligeramente con el aumento del tiempo de exposición, las aleaciones NAB continúan presentando una velocidad de corrosión significativamente más baja en comparación con el acero inoxidable.

En el caso del acero inoxidable, su resistencia a la corrosión a altas temperaturas, como las condiciones de exposición a 700°C, se debe principalmente a la formación de una capa pasiva de óxidos protectores en su superficie. Esta capa está compuesta mayoritariamente por óxido de cromo (Cr_2O_3), el cual se forma espontáneamente cuando el acero inoxidable contiene al menos un 10,5% de cromo en su composición [95]. Esta película delgada, continua y adherente actúa como barrera eficaz que impide la difusión de oxígeno y otros agentes corrosivos hacia el interior del material, reduciendo considerablemente la velocidad de corrosión [96]. Además, esta capa tiene la capacidad de regenerarse si se daña localmente, lo que refuerza su comportamiento pasivo frente a ambientes agresivos como la escoria de cobre [97]. Este fenómeno explicaría la disminución observada en la velocidad de corrosión del acero inoxidable con el aumento en el número de ciclos de exposición, a diferencia de lo que ocurre con las muestras de aleaciones NAB, donde no se observa un comportamiento similar que haga pensar que se forma alguna capa protectora.

A continuación, se presentan los gráficos de los resultados obtenidos para exposición a 3 y 10 ciclos para el caso de las muestras de NAB, acero al carbono y acero inoxidable, tanto de porcentaje de pérdida de masa como de velocidad de corrosión.

De la Figura 6-6, se observan los resultados mencionados anteriormente, además de los errores estándar en cada uno de los casos. En esta figura se puede ver un aumento en la pérdida de masa al aumentar el número de ciclos para los casos de las muestras NAB y las de acero al carbono.

Por último, al observar la Figura 6-7 se puede dar cuenta de la disminución de la velocidad de corrosión de las muestras de acero al carbono y acero inoxidable al aumentar el número de ciclos. Esto podría indicar la formación de una capa protectora en la superficie del material la cual ralentiza la corrosión del material con el paso de los ciclos. Como se aprecia en la Figura 6-8, dicho comportamiento no se repite para las muestras NAB, ya que, al aumentar la cantidad de ciclos, si se ve un aumento en la velocidad de corrosión. Esto indicaría que en las aleaciones NAB no se formaría una capa protectora como en los casos de las muestras de acero inoxidable o acero al carbono.

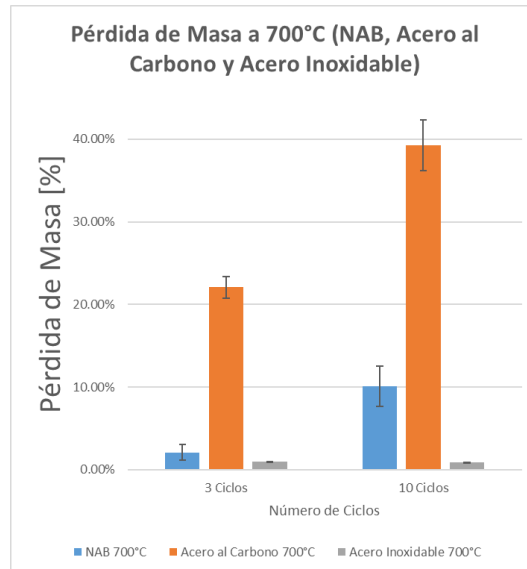


Figura 6-6. Gráfico de pérdida de masa de NAB, acero al carbono y acero inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.

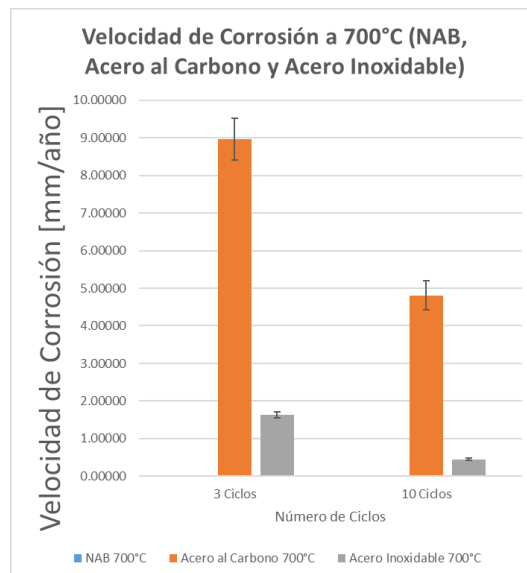


Figura 6-7. Gráfico de velocidad de corrosión de NAB, acero al carbono y acero inoxidable expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.

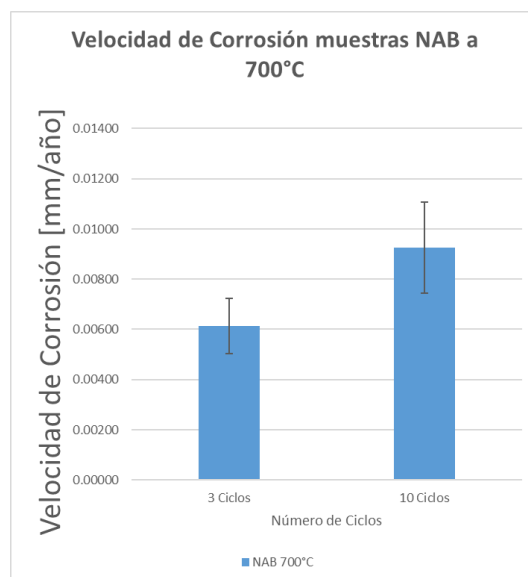


Figura 6-8. Gráfico de velocidad de corrosión de muestras NAB expuestas a 700°C por 3 y 10 ciclos.

7 Conclusiones

Este trabajo de título permitió establecer parámetros fundamentales para la fabricación de muestras porosas de Cu-Ni-Al mediante pre-compactación en frío y sinterización a través de Spark Plasma Sintering (SPS). Si bien no se logró controlar la porosidad de manera precisa mediante la técnica de espaciadores temporales, los resultados obtenidos permitieron identificar ajustes necesarios en las condiciones del proceso. Particularmente, las muestras procesadas con carbonato de amonio como espaciador no lograron mantener su forma durante la eliminación del espaciador, debido a la degradación térmica y la falta de estabilidad mecánica en esta etapa. Esto pone de manifiesto la importancia de optimizar los parámetros térmicos y mecánicos para asegurar la integridad de las muestras porosas.

Por otro lado, las estructuras fabricadas sin el uso de espaciadores demostraron un grado satisfactorio de sinterización al ajustar variables como la presión de compactación y el tiempo de sinterizado. Específicamente, las muestras sinterizadas bajo una presión de 0,002828 MPa, con un tiempo de sostenimiento de 5 minutos y una velocidad de calentamiento de 150 °C/min hasta 600 °C, exhibieron densidades y porosidades consistentes con los objetivos del estudio. Estos hallazgos destacan el potencial del proceso de SPS para obtener microestructuras controladas en aleaciones Cu-Ni-Al, sentando una base para optimizar futuras fabricaciones.

La caracterización de las muestras mediante técnicas de microscopía óptica y electrónica permitió evaluar en detalle parámetros clave como la porosidad, la distancia media entre poros y el factor de forma. Los resultados revelaron la formación incompleta de cuellos de sinterizado en ciertas muestras, indicando que el tiempo de sostenimiento en el ciclo de sinterizado podría no haber sido suficiente para alcanzar una coalescencia adecuada entre las partículas. Este hallazgo resalta la importancia de investigar la influencia de tiempos de sinterización más prolongados, así como el uso de aditivos que puedan mejorar la difusión entre partículas durante el proceso.

Asimismo, el análisis de imagen complementó los resultados microscópicos, proporcionando una perspectiva cuantitativa sobre la distribución de los poros y la geometría interna de las muestras. Estos datos permitieron identificar posibles mejoras en el control del proceso para alcanzar una mayor homogeneidad en la microestructura, un aspecto crucial para aplicaciones industriales que requieren propiedades mecánicas y térmicas consistentes.

Los ensayos gravimétricos realizados para evaluar la resistencia a la corrosión demostraron un comportamiento prometedor de las muestras de Cu-Ni-Al frente a condiciones de exposición estudiadas. Las velocidades de corrosión promedio obtenidas fueron de 0,00614 mm/año para 3 ciclos y 0,00925 mm/año para 10 ciclos de exposición a escoria de cobre, ambas a 700 °C. Estos valores son significativamente menores en comparación con los del acero inoxidable 316L, lo que posiciona a las aleaciones Cu-Ni-Al como una alternativa viable para aplicaciones en ambientes altamente corrosivos y de alta temperatura, como lo son los estanques de almacenamiento de energía térmica en plantas concentradoras solares.

Finalmente, los resultados de corrosión también evidenciaron una tendencia al aumento de la velocidad de corrosión con el incremento en los ciclos de exposición, lo que sugiere la necesidad de explorar tratamientos superficiales o recubrimientos que mejoren la resistencia a largo plazo. Este estudio no solo demuestra la viabilidad de utilizar aleaciones Cu-Ni-Al para aplicaciones en sistemas de almacenamiento de energía térmica, sino que también sienta las bases para futuras investigaciones orientadas a optimizar su resistencia mecánica y química, así como su proceso de fabricación mediante SPS.

Por último, se entregan las siguientes recomendaciones para trabajos futuros:

- Estudiar los efectos del tiempo de sinterizado, la presión aplicada o la temperatura de sinterizado con el fin lograr una formación completa de los cuellos de sinterizado entre las partículas de polvos metálicos.
- Fabricar estructuras de Cu-Ni-Al de mayor tamaño y diferentes porosidades, las cuales se puedan utilizar de forma completa en los estudios de corrosión, sin la necesidad de realizar cortes, permitiendo así una homogenización de las masas y las áreas expuestas de las muestras a comparar. Por otra parte, el hecho de presentar diferentes porosidades permitiría determinar los efectos de la porosidad sobre la velocidad de corrosión de la estructura
- Realizar estudios de difracción de rayos X a las estructuras sinterizadas, pudiendo así determinar de manera concreta las fases cristalinas generadas durante el sinterizado. Por otra parte, se pueden realizar estos mismos estudios para determinar las fases cristalinas presentes antes y después de la exposición a escoria de cobre, además de detectar la presencia de impurezas o contaminantes como óxidos, generados durante el sinterizado o durante la exposición a escoria de cobre.
- Estudiar la velocidad de corrosión de las aleaciones NAB para una mayor cantidad de ciclos con el fin de evaluar de forma certera el comportamiento de las estructuras a periodos largos de exposición.

8 Referencias

- [1] S. F. D. Elzinga. *El papel de los combustibles fósiles en un sistema energético sostenible*. Available: <https://www.un.org/es/chronicle/article/el-papel-de-los-combustibles-fosiles-en-un-sistema-energetico-sostenible>
- [2] A. Fundación. (2022). *Causas y consecuencias del cambio climático*. Available: https://www.fundacionaquae.org/wiki/causas-y-consecuencias-cambio-climatico/?gad_source=1&gclid=CjwKCAiAi6uvBhADEiwAWiyRdrYK7maZnGN9Q17DdarTSm9s8GrQSEZEvU8DEDcAE4_AviesztxUQuxCgpMQAvD_BwE
- [3] N. Unidas, "Energías renovables: energías para un futuro más seguro," 2024.
- [4] C. N. d. Energía, "Prospectiva de la generación y consumo de energía al año 2030," 2017.
- [5] IEA, "World Energy Outlook 2023," ed, 2023.
- [6] J. Roldán Viloria, *Energías renovables. Lo que hay que saber*. Ediciones Paraninfo, SA, 2013.
- [7] P. R. Martínez, *Energía solar térmica: técnicas para su aprovechamiento*. Marcombo, 2009.
- [8] S. Alexopoulos and S. A. Kalogirou, *Solar Thermal Energy*. Springer, 2022.
- [9] M. J. L. Sandoval Vilches, "Introducción de la energía solar térmica para reemplazar el uso de combustibles fósiles en procesos industriales en Chile," 2021.
- [10] L. Kumar, M. Hasanuzzaman, N. J. E. c. Rahim, and management, "Global advancement of solar thermal energy technologies for industrial process heat and its future prospects: A review," vol. 195, pp. 885-908, 2019.
- [11] F. Pineda, M. Walczak, F. Vilchez, C. Guerra, R. Escobar, and M. J. C. S. Sancy, "Evolution of corrosion products on ASTM A36 and AISI 304L steels formed in exposure to molten NaNO₃–KNO₃ eutectic salt: Electrochemical study," vol. 196, p. 110047, 2022.
- [12] V. Reyes, "Cerro Dominador, la 1º planta termosolar de A. Latina que está en Chile y no opera porque se averió," ed, 2024.
- [13] B. Zhang, J. Wang, and F. J. C. S. Yan, "Load-dependent tribocorrosion behaviour of nickel-aluminium bronze in artificial seawater," vol. 131, pp. 252-263, 2018.
- [14] M. Collares-Pereira, "Advanced linear Fresnel concentrators for solar thermal electricity production."
- [15] S. Karellas and T. C. Roumpedakis, "Solar thermal power plants," in *Solar Hydrogen Production*: Elsevier, 2019, pp. 179-235.
- [16] S. Pascual, P. Lisbona, and L. M. J. E. Romeo, "Thermal energy storage in concentrating solar power plants: a review of European and North American R&D projects," vol. 15, no. 22, p. 8570, 2022.
- [17] M. J. Montes Pita, R. Guédez, D. J. DSouza, and J. I. Linares Hurtado, "Thermoeconomic Analysis of Concentrated Solar Power Plants Based on Supercritical Power Cycles," 2023.
- [18] L. Wald, *Fundamentals of solar radiation*. CRC Press, 2021.
- [19] M. Richard, Kremer., Wade, J., Pulliam., "Solar energy collection utilizing heliostats,," 2013.
- [20] T. M. J. (2012). *Inauguran el mega protecto Cerro Dominador en Chile, la primera planta termosolar de América Latina*. Available:

<https://www.emol.com/noticias/Economia/2021/06/08/1023275/cerro-dominador-chile-energia-termosolar.html>

- [21] K. M. Armijo, J. Yellowhair, J. D. Ortega, and J. Clair, "Dynamic load mechanical modelling of a 10 MW tensile ganged heliostat prototype," in *AIP Conference Proceedings*, 2019, vol. 2126, no. 1: AIP Publishing.
- [22] Y. Zhongliang, Qi, Yu., "Heliostat solar collector system.," 2010.
- [23] G. K. Ko, A. Gomna, Q. Falcoz, Y. Coulibaly, and R. J. P. S. I. J. Olives, "A Review of Linear Fresnel Collector Receivers used in Solar Thermal Technology," vol. 26, no. 8, pp. 21-40, 2022.
- [24] S. Liang *et al.*, "Optical and thermal performance of a uniaxial bidirectional tracked linear-focusing Fresnel lens solar concentrator," vol. 46, no. 13, pp. 18768-18780, 2022.
- [25] P. R. Gajbhiye, P. R. Behere, P. M. Gajbhiye, Y. L. Chincholkar, H. M. Dharpure, and S. B. Kewat, "Design Parameters of Parabolic Solar Water Heater with Inbuilt Automatic Solar Tracking System."
- [26] R. K. Singh and P. J. E. R. E. Chandra, "Parabolic trough solar collector: A review on geometrical interpretation, mathematical model, and thermal performance augmentation," vol. 5, no. 1, p. 012003, 2023.
- [27] A. Maurya, A. Kumar, D. J. E. S. Sharma, Part A: Recovery, Utilization., and E. Effects, "A comprehensive review on performance assessment of solar cavity receiver with parabolic dish collector," vol. 44, no. 2, pp. 4808-4845, 2022.
- [28] A. Crespo, C. Barreneche, M. Ibarra, and W. J. S. E. Platzter, "Latent thermal energy storage for solar process heat applications at medium-high temperatures—A review," vol. 192, pp. 3-34, 2019.
- [29] A. Gil *et al.*, "State of the art on high temperature thermal energy storage for power generation. Part 1—Concepts, materials and modellization," vol. 14, no. 1, pp. 31-55, 2010.
- [30] L. J. S. R. Heller, "Literature review on heat transfer fluids and thermal energy storage systems in CSP plants," 2013.
- [31] G. Alva, Y. Lin, and G. J. E. Fang, "An overview of thermal energy storage systems," vol. 144, pp. 341-378, 2018.
- [32] G. Alva, L. Liu, X. Huang, G. J. R. Fang, and S. E. Reviews, "Thermal energy storage materials and systems for solar energy applications," vol. 68, pp. 693-706, 2017.
- [33] B. Cárdenas, N. J. R. León, and s. e. reviews, "High temperature latent heat thermal energy storage: Phase change materials, design considerations and performance enhancement techniques," vol. 27, pp. 724-737, 2013.
- [34] M. M. Farid, A. M. Khudhair, S. A. K. Razack, S. J. E. c. Al-Hallaj, and management, "A review on phase change energy storage: materials and applications," vol. 45, no. 9-10, pp. 1597-1615, 2004.
- [35] W. Su, J. Darkwa, G. J. R. Kokogiannakis, and S. E. Reviews, "Review of solid–liquid phase change materials and their encapsulation technologies," vol. 48, pp. 373-391, 2015.
- [36] R. Sharma, P. Ganesan, V. Tyagi, H. Metselaar, S. J. E. c. Sandaran, and management, "Developments in organic solid–liquid phase change materials and their applications in thermal energy storage," vol. 95, pp. 193-228, 2015.
- [37] K. Wojtacha-Rychter *et al.*, "Experimental study of the new composite materials for thermochemical energy storage," vol. 296, p. 131137, 2024.

- [38] P. Pardo *et al.*, "A review on high temperature thermochemical heat energy storage," vol. 32, pp. 591-610, 2014.
- [39] A. Nazer, O. Pavez, F. Rojas, and C. J. I. X. X. C. s. Aguilar, "Una revisión de los usos de las escorias de cobre," 2010.
- [40] M. E. Schlesinger, K. C. Sole, W. G. Davenport, and G. R. A. Flores, *Extractive metallurgy of copper*. Elsevier, 2021.
- [41] Ž. Živković, N. Mitevska, I. Mihajlović, Đ. J. M. Nikolić, Metallurgy, and Exploration, "Copper losses in sulfide concentrate smelting slag are dependent on slag composition," vol. 27, pp. 141-147, 2010.
- [42] H. Henao, E. Kohnenkamp, L. Rojas, and A. J. M. Moyano, "Experimental Determination of the Effect of CaO and Al₂O₃ in Slag Systems Related to the Conversion Process of High Copper Matte Grade," vol. 9, no. 11, p. 716, 2019.
- [43] S. Ketabchi, F. Ahadi, K. Hanaee, and S. J. W. T. o. E. S. Alhoseini, "The effect of slag composition on recycling of "OFHC" through the "ESCM" process," vol. 72, pp. 397-406, 2011.
- [44] B. Chaitanya and I. Kumar, "Effect of waste copper slag as a substitute in cement and concrete—a review. IOP Conf Ser Earth Environ Sci 982 (1): 012029," ed, 2022.
- [45] A. Sambangi and A. J. A. J. o. C. E. Eluru, "Role of copper slag on improvement of strength, quality and durability of high-strength self-compacting concrete: an industrial waste," vol. 23, no. 6, pp. 961-971, 2022.
- [46] C. Zhang *et al.*, "Comprehensive Utilization of Copper Slag in a Pyro-Hydrometallurgical Process for Iron Phase Reconstruction and Valuable Metals Recovery," in *TMS Annual Meeting & Exhibition*, 2023, pp. 275-283: Springer.
- [47] V. Arniganti, M., Mujahid, Ahmed., "Experimental Investigation on Effective Replacement of Cement and Fine Aggregate by Copper Slag.," *International Journal of Research*, vol. Vol. 5, 2018.
- [48] J.-P. Wang and U. J. S. Erdenebold, "A study on reduction of copper smelting slag by carbon for recycling into metal values and cement raw material," vol. 12, no. 4, p. 1421, 2020.
- [49] S. Panda, P. Sarkar, and R. J. J. o. M. i. C. E. Davis, "Microstructural characterization of ITZ in copper slag concrete composite," vol. 34, no. 8, p. 04022188, 2022.
- [50] V. Chakrawarthy *et al.*, "Destructive and non-destructive testing of the performance of copper slag fiber-reinforced concrete," vol. 15, no. 13, p. 4536, 2022.
- [51] Z. Zhang, "Multi-element mineral fertilizer taking copper smelting slag as raw material and preparation method of multi-element mineral fertilizer.," 2015.
- [52] P. Liu and G.-F. Chen, *Porous materials: processing and applications*. Elsevier, 2014.
- [53] I. Chang and Y. Zhao, *Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications*. Elsevier, 2013.
- [54] J. White, "CFD Simulation and Microscopic Study of a Solitary Spherical Porous Adsorbent," 2016.
- [55] J. J. P. i. m. s. Banhart, "Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams," vol. 46, no. 6, pp. 559-632, 2001.
- [56] *Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle*, 2017.
- [57] R. Kohli and K. Mittal, "Developments in surface contamination and cleaning, volumes 1–12," ed: Elsevier.

- [58] L. Gibson, P. Worsfold, A. Townshend, and C. Poole, "Archaeometry and antique analysis:(b) metallic and ceramic objects," in *Encyclopedia of Analytical Science*: Elsevier Limited, 2004, pp. 117-123.
- [59] W. D. Callister and D. G. Rethwisch, *Ciencia e ingeniería de materiales*. Reverté, 2019.
- [60] C. Cervantes *et al.*, "Desarrollo de un proceso de manufactura aditiva (AM) de metal y determinación de propiedades de las piezas obtenidas," in *XXIV congreso internacional anual de la SOMIM*, 2018, pp. 20-27.
- [61] A. Rodriguez-Contreras *et al.*, "Powder metallurgy with space holder for porous titanium implants: A review," vol. 76, pp. 129-149, 2021.
- [62] M. P. Groover, *Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas*. Pearson Educación, 1997.
- [63] Selfoil, "Cojinetes Sinterizados Autolubricados," 2024.
- [64] M. Xu, He, Tianci., "Powder metallurgy lubricating material and preparation method thereof," 2018.
- [65] A. Rodriguez-Contreras, M. Punset, J. A. Calero, F. J. Gil, E. Ruperez, and J. M. Manero, "Powder metallurgy with space holder for porous titanium implants: A review," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 76, pp. 129-149, 2021.
- [66] A. Azarniya *et al.*, "Physicomechanical properties of porous materials by spark plasma sintering," *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol. 45, no. 1, pp. 22-65, 2020.
- [67] O. Guillon *et al.*, "Field-assisted sintering technology/spark plasma sintering: mechanisms, materials, and technology developments," *Advanced Engineering Materials*, vol. 16, no. 7, pp. 830-849, 2014.
- [68] Z.-Y. Hu *et al.*, "A review of multi-physical fields induced phenomena and effects in spark plasma sintering: Fundamentals and applications," vol. 191, p. 108662, 2020.
- [69] F. Group. (2010, 2024). *RAPID SINTERING OF NOVEL MATERIALS BY FAST/SPS-FURTHER DEVELOPMENT TO THE POINT OF AN INDUSTRIAL PRODUCTION PROCESS WITH HIGH COST EFFICENCY*. Available: https://www.fct-systeme.de/uploads/files/20100225123420_FCT-Sintered-Materials.pdf
- [70] U. Anselmi-Tamburini, "Spark plasma sintering," in *Elsevier Reference Collection in Materials Science and Materials Engineering*, 2019.
- [71] S. O. Jeje, M. B. Shongwe, A. L. Rominiyi, and P. A. J. T. I. J. o. A. M. T. Olubambi, "Spark plasma sintering of titanium matrix composite—a review," vol. 117, no. 9, pp. 2529-2544, 2021.
- [72] A. Azarniya *et al.*, "Physicomechanical properties of porous materials by spark plasma sintering," vol. 45, no. 1, pp. 22-65, 2020.
- [73] F. Zhang, M. Reich, O. Kessler, and E. J. M. T. Burkel, "The potential of rapid cooling spark plasma sintering for metallic materials," vol. 16, no. 5, pp. 192-197, 2013.
- [74] N. V. Vishnu, P. Anirudhan, and K. P. J. T. O. Ajay, "Wear behavior of friction stir processed NAB alloys in marine environment," vol. 13, no. 3, pp. 75-80, 2018.
- [75] A. M. Okoro, S. S. Lephuthing, S. R. Oke, and P. A. J. M. R. Olubambi, "Influence of aluminium content on the microstructure and densification of spark plasma sintered nickel aluminium bronze," vol. 8, p. 9, 2021.
- [76] E. G. J. R. d. w. i. u. e. a. c. d. Maffia, "Cobre y sus aleaciones," 2013.

- [77] J. Everhart, *Engineering properties of nickel and nickel alloys*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [78] J. G. Kaufman and E. L. Rooy, *Aluminum alloy castings: properties, processes, and applications*. Asm International, 2004.
- [79] P. Parameswaran, A. G. Antony, S. Dinesh, and K. J. M. T. P. Radhakrishnan, "Experimental study on mechanical and corrosion characteristics of nab alloy with the addition of chromium," vol. 5, no. 2, pp. 8089-8094, 2018.
- [80] Z. Bingjie, L. Yuting, D. Yang, W. Liqiang, and L. J. M. C. Weijie, "The grain refinement mechanisms of various phases in shot-peened nickel-aluminum bronze (NAB) alloy [J]," vol. 144, pp. 77-85, 2018.
- [81] W. Zhai *et al.*, "Microstructure, mechanical and tribological properties of nickel-aluminium bronze alloys developed via gas-atomization and spark plasma sintering," vol. 707, pp. 325-336, 2017.
- [82] Retsch, "MOLINO PLANETARIO DE BOLAS PM 100," 2024.
- [83] I. Gilson Companu, "Gilson 3in Vibratory Sieve Shaker," 2024.
- [84] A. T. Group, "WAB T2F Turbula Heavy-Duty Shaker-Mixer " 2024.
- [85] Memmert, "UN55," 2024.
- [86] T. Group. (2024). *MECATOME T210*. Available: <https://www.testekndt.net/producto/mecatome-t210/>
- [87] I. Marković, D. Manasijević, L. Balanović, U. Stamenković, M. Mitrović, and S. J. A. o. C. i. b. m. o. f. w. Trujić, "EFFECT OF PARTICLE SHAPE AND SIZE OF COPPER POWDERS ON THE PROPERTIES OF SINTERED PARTS," p. 64, 2023.
- [88] R. German, *Sintering: from empirical observations to scientific principles*. Butterworth-Heinemann, 2014.
- [89] M. N. Rahaman, *Sintering of ceramics*. CRC press, 2007.
- [90] G. Petzow, W. A. Kaysser, and J. J. S. S. P. Kunesch, "Advanced materials by powder metallurgy-science and technology," vol. 8, pp. 3-36, 1990.
- [91] S.-J. L. Kang, *Sintering: densification, grain growth and microstructure*. Elsevier, 2004.
- [92] R. M. German, *Sintering theory and practice*. 1996.
- [93] J. Li, J. Li, Q. Zhao, Y. Chen, J. J. I. J. o. R. M. Chen, and H. Materials, "Effect of pore design on the mechanical properties of nanoporous high-entropy alloys," vol. 111, p. 106089, 2023.
- [94] X. Chen, Q. Liao, H. Zuo, and Q. J. M. Fu, "Study on Corrosion Behavior of Porous Pure Copper Based on Electrochemistry and Scanning Kelvin Probe," vol. 16, no. 23, p. 7370, 2023.
- [95] A. J. Sedriks, *Corrosion of stainless steels*. John Wiley & Sons, 1996.
- [96] M. G. Fontana, "Corrosion engineering," 1986.
- [97] H. H. Uhlig and R. W. Revie, "Corrosion and corrosion control," 1985.

9 Anexo A

Cálculo de presión máxima admisible para matriz de 10 mm

Material de la matriz de acero: Acero D2

Dureza	Límite elástico a compresión (σ_y)
60 HRC	2150 MPa
62 HRC	2200 MPa

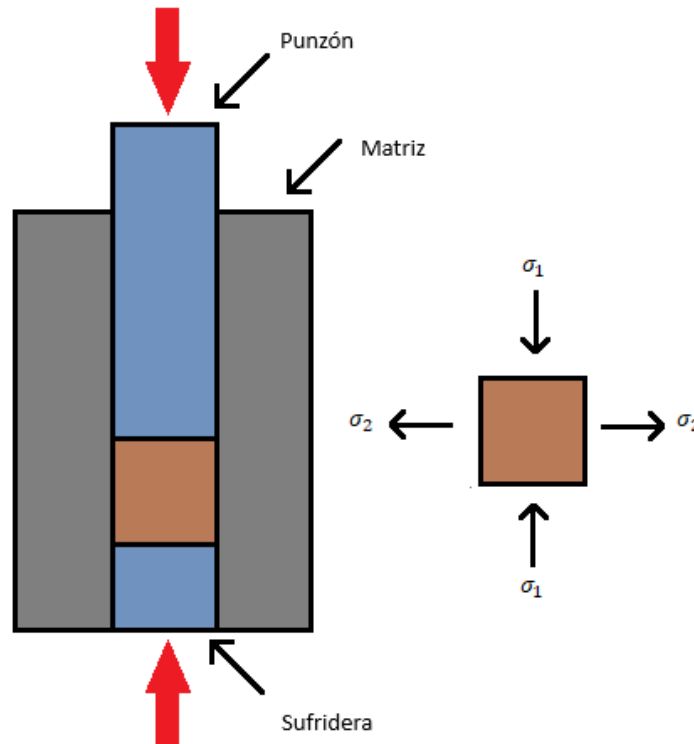


Figura 9-1. Esquema de esfuerzo en la compactación de polvos.

$$\sigma_1 = \frac{F}{A} = \frac{4F}{\pi d_i^2}$$

$$\sigma_2 = \sigma_1 \left(\frac{d_o^2 + d_i^2}{d_o^2 - d_i^2} \right)$$

σ_1 : Esfuerzo en Punzón/Sufridera

σ_2 : Esfuerzo en Matriz

El uso de la matriz es seguro siempre y cuando:

$$\sigma_1 < \sigma_y \text{ y } \sigma_2 < \sigma_y$$

Tomando:

$$\sigma_1 = \frac{4F_1}{\pi d_i^2} \rightarrow F_1 = \sigma_1 \frac{\pi d_i^2}{4}$$

$$\sigma_2 = \frac{4F_2}{\pi d_i^2} \left(\frac{d_o^2 + d_i^2}{d_o^2 - d_i^2} \right) \rightarrow F_2 = \sigma_2 \frac{\pi d_i^2}{4} \left(\frac{d_o^2 - d_i^2}{d_o^2 + d_i^2} \right)$$

Teniendo:

$$d_o = 51,0 \text{ mm}$$

$$d_i = 9,9 \text{ mm}$$

Y considerando una carga al 80%:

$$\sigma_1 = 0,8 \cdot \sigma_y \rightarrow \sigma_1 = 1720 \text{ MPa}$$

$$\sigma_2 = 0,8 \cdot \sigma_y \rightarrow \sigma_2 = 1720 \text{ MPa}$$

Reemplazando y resolviendo:

$$F_1 = 132,4 \text{ kN y } F_2 = 122,8 \text{ kN}$$

Luego:

$$F_{max} = \min (F_1, F_2)$$

Por lo que:

$$F_{max} = 122,8 \text{ kN}$$

Teniendo esta información en consideración y el equipo disponible para la compactación de muestras, se decide compactar a 88,65 kN, equivalente a 1129 MPa.

10 Anexo B

Compactación uniaxial de muestras en verde

Se presentan las curvas de compactación de las muestras NAB con espaciador de carbonato de amonio. Cabe resaltar que, debido a una falla ocurrida en la compactación de una muestra con una matriz de 10 milímetros, posterior a la compactación de la muestra M3, se tomó la decisión de disminuir la presión de pre-compactación. Es por esta razón que las muestras M2, M4, M5 y M6 fueron pre-compactadas a 800 MPa.

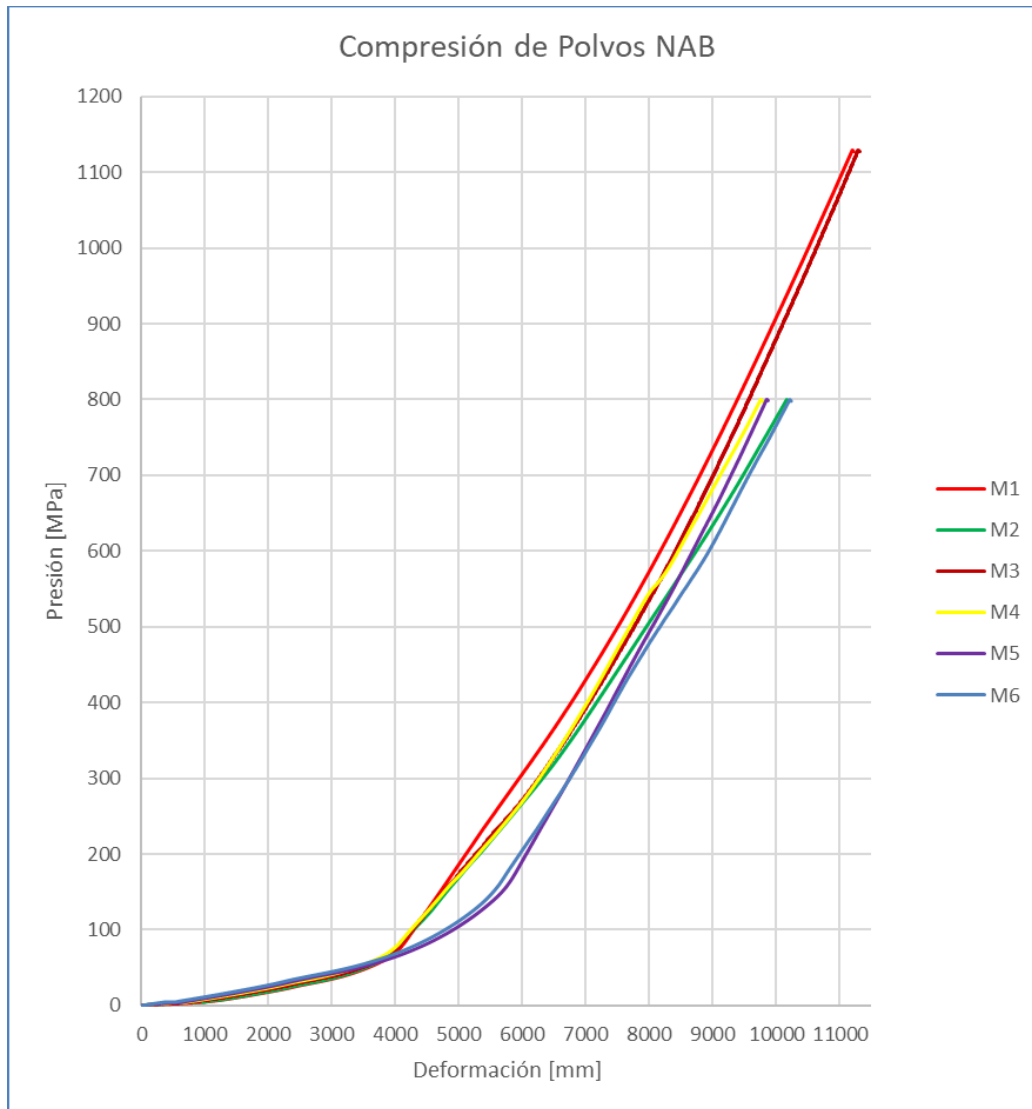


Figura 10-1. Curvas de compactación de muestras porosas NAB.

11 Anexo C

Resumen de muestras fabricadas tanto de manera exitosa como fallida

Tabla 11-1. Resumen de muestras.

Datos de muestras realizadas								
Muestra	Tamaño Carbonato de Amonio (µm)	Diámetro (mm)	Altura (mm)	Porosidad (%)	Masa NAB (g)	Masa Carbonato de Amonio (g)	Masa Total (g)	Presión de pre-compactación (MPa)
A1	S/E	10	10	0	5,1617	0,0000	5,1617	1129
A2	45-53	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
A3	45-53	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
A4	45-53	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
A5	45-53	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
A6	45-53	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	1129
A7	45-53	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
A8	45-53	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
A9	45-53	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	1129
B1	S/E	30	10	0	46,4553	0,0000	46,4553	No Aplica
B2	S/E	30	10	0	46,4553	0,0000	46,4553	No Aplica
M1	106-125	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	1129
M2	106-125	10	10	20	4,2920	0,2248	4,5168	800
M3	106-125	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	1129
M4	106-125	10	10	40	3,2190	0,4496	3,6686	800
M5	106-125	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	800
M6	106-125	10	10	60	2,1460	0,6743	2,8203	800

12 Anexo D

Datos de tamaño de poros por clase para muestra A1

A continuación, se presentan los datos obtenidos para los tamaños de poros para la muestra A1.

Tabla 12-1. Desglose de tamaño de poros por clase y frecuencia acumulada para la muestra A1.

Clase [μm]	Cantidad de poros [-]	Frecuencia Acumulada
[0-1]	107949	63.33%
[1-2]	32711	82.52%
[2-3]	10487	88.67%
[3-4]	4797	91.49%
[4-5]	3529	93.56%
[5-6]	1932	94.69%
[6-7]	1530	95.59%
[7-8]	1066	96.21%
[8-9]	837	96.71%
[9-10]	726	97.13%
[10-11]	580	97.47%
[11-12]	512	97.77%
[12-13]	406	98.01%
[13-14]	371	98.23%
[14-15]	271	98.39%
[15-16]	212	98.51%
[16-17]	162	98.61%
[17-18]	165	98.70%
[18-19]	162	98.80%
[19-20]	140	98.88%
[20-21]	148	98.97%
[21-22]	124	99.04%
[22-23]	111	99.11%
[23-24]	96	99.16%
[24-25]	76	99.21%
[25-mayor]	1353	100.00%

13 Anexo E

Procedimiento para decapado de muestras de acero inoxidable

A continuación, se describe paso a paso el procedimiento que se siguió para cuantificar la pérdida de masa de muestras de acero inoxidable 316L expuestas a escoria de cobre y temperatura.

Paso 1: Preparación de muestras

En primera instancia, se deben cortar las muestras en rectángulos de 25x10mm aproximadamente y luego se deben pulir todas sus caras con lijas de P120.

Previo a la exposición, las muestras se deben medir (alta, ancho y espesor) y masar. Realizando 3 mediciones en cada caso

Paso 2: Exposición de muestras a escoria de cobre

Al igual que las muestras NAB, las muestras de acero inoxidable son depositadas en crisoles cerámicos de manera vertical, tapándolas completamente con escoria de cobre. Luego se ubican los crisoles dentro del horno y se dejan por 1, 3 y 10 ciclos en cada caso.

Paso 3: Decapado de muestras

Para realizar el decapado se debe preparar una solución de agua destilada (89,8%), ácido nítrico (10%) y ácido fluorhídrico (0,2%) en donde se sumergirán las muestras después de la exposición.

Para realizar el decapado se deben seguir los siguientes pasos.

- 1.- Sumergir la muestra en la solución mencionada anteriormente durante 5 minutos en un vaso precipitado.
- 2.- Remover la muestra del vaso precipitado y lavar con abundante agua destilada, procurando que toda la superficie de la muestra se lavada.
- 3.- Cepillar la muestra bajo un chorro de agua, procurando remover todo el material que este adherido a la muestra.
- 4.- Sumergir la muestra en un vaso precipitado con etanol y dejar el conjunto en la máquina de ultrasonido durante 10 minutos.
- 5.- Remover la muestra de etanol y secar.
- 6.- Masar la muestra 3 veces y registrar el promedio de estos valores.

Este procedimiento se debe hacer al menos 2 veces y en caso de haber una diferencia mayor a 0,002 g entre las últimas dos mediciones, se debe repetir el procedimiento hasta no presentar esta diferencia.