

UNIVERSIDAD CARLOS III DE
MADRID
ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química



PROYECTO FIN DE CARRERA
Ingeniería Industrial Superior

ACEROS DUALES SINTERIZADOS

2015

Autor:

José María Barahona Bellido

Directores:

D. José Manuel Torralba Castelló

Dña. Mónica Campos Gómez

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, tengo que agradecer al departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química la oportunidad que me brindaron de poder hacer el Proyecto Fin de Carrera con ellos. Este proyecto no hubiera sido posible sin Vanesa y Marcos del instituto IMDEA Materiales, ni sin Andrea, Julia y Paula del grupo de Tecnología de Polvos de la Universidad Carlos III de Madrid, así que muchas gracias a todos.

Merecen un agradecimiento especial Mónica y José Manuel por su ayuda y su apoyo durante estos últimos meses. Ha sido un placer trabajar con vosotros.

En segundo lugar, gracias a la empresa Höganäs AB por haberse prestado a fabricar las probetas según las especificaciones y a la colaboración prestada que ha permitido llevar a cabo este proyecto.

Por último, quiero agradecer el esfuerzo realizado por mi familia, por el apoyo que me han dado, no solo a lo largo de este trabajo, sino a lo largo de toda la carrera. Gracias a Mariajo, por aguantarme y soportarme todo este tiempo. Gracias también a muchos compañeros de clase: Vicente, Pedro, Mario, Víctor, Casado y otros muchos que han pasado por estos años de carrera. Y no puedo olvidarme de los que han sido compañeros de clase, de estudio, de trabajos, de risas y de vida en general: Albert, Rober, Edu y Mato.

ÍNDICE

RESUMEN	7
ABSTRACT	9
1. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS	13
1.1. MOTIVACIÓN	13
1.2. OBJETIVOS	13
2. ESTADO DEL ARTE	17
2.1. INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES	17
2.2. DEFINICIÓN Y ETAPAS DEL PROCESO PM	19
2.2.1. OBTENCIÓN DEL POLVO	19
2.2.2. MEZCLADO DE LOS COMPONENTES	22
2.2.3. COMPACTACIÓN	22
2.2.4. SINTERIZACIÓN	25
2.3. ACEROS PULVIMETALÚRGICOS DE BAJA ALEACIÓN	27
2.4. EFECTO DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN	29
2.4.1. EL FÓSFORO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN	29
2.4.2. EL MOLIBDENO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN	30
3. MATERIALES Y PROCESO EXPERIMENTAL	35
3.1. MATERIALES	35
3.1.1. POLVO ASTALOY MO	36
3.1.2. POLVO PASC60	36
3.1.3. GRAFITO	36
3.2. FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS	37
3.2.1. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS: MEZCLA Y COMPACTACIÓN	38
3.2.2. SINTERIZACIÓN	39
3.3. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO	40
3.4. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES Y ENSAYOS REALIZADOS	40
3.4.1. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS	41
3.4.2. ENSAYOS METALOGRAFICOS	42
3.4.3. ENSAYOS MECÁNICOS	44

4. RESULTADOS	51
4.1. EVOLUCIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO CON EL TIPO DE SINTERIZACIÓN	51
4.2. EVOLUCIÓN DE LA DENSIDAD	54
4.2.1. VARIACIÓN DIMENSIONAL	55
4.3. ESTUDIO MICROESTRUCTURAL	56
4.3.1. MICROSCOPIA ÓPTICA	57
4.3.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	60
4.4. COMPORTAMIENTO MECÁNICO	62
4.4.1. ENSAYOS DE TRACCIÓN	62
4.4.2. ENSAYOS DE DUREZA	64
4.4.3. ENERGÍA ABSORBIDA EN EL IMPACTO: ENSAYO CHARPY	65
4.5. COMPARACIÓN DE PROPIEDADES CON OTROS ACEROS PM	66
5. CONCLUSIONES GENERALES	73
6. ANEXOS	75
6.1. ANEXO I: PROPIEDADES DE LOS POLVOS UTILIZADOS PARA LA FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS	75
ÍNDICE DE FIGURAS	79
BIBLIOGRAFÍA	81

Resumen

En los últimos años, los precios de los elementos típicos de aleación han ido en aumento, y por ello se ha trabajado para conseguir nuevos métodos de aleación y nuevos materiales que pudieran obtener las mismas propiedades, o incluso mejores, con un bajo coste. En este punto cobra especial importancia la pulvimetalurgia, ya que es capaz de competir frente a los métodos convencionales de fabricación por la posibilidad de fabricar piezas de geometría complicada, en grandes series y con un coste menor.

Tanto el fósforo (P) como el molibdeno (Mo) son elementos de aleación que típicamente no se utilizan en los procesos básicos de fabricación. Sin embargo, en piezas pulvimetalúrgicas adquieren gran importancia por las propiedades que confieren a los materiales.

Ligeros cambios en el proceso de fabricación pueden suponer una gran variación en determinadas propiedades. Según se compacte con una prensa de simple o de doble efecto, si se usa compactación en caliente o a temperatura ambiente, la temperatura que se alcance en la sinterización, el tiempo de sinterizado, la atmósfera de sinterización, la cantidad de aleantes, etc.

Para la consolidación de las muestras se cuenta con la colaboración de la empresa Höganäs AB. Esto ha permitido compactar todas las probetas mediante compactación en matriz precalentada y sinterizarla en hornos semi-industriales. La técnica de compactación utilizada es una tecnología de última generación que consigue mejorar notablemente la densidad optimizando el consumo energético en el proceso.

En este proyecto de fin de carrera se pretende estudiar la variación que produce en las propiedades del acero el uso de dos atmósferas de sinterización diferentes. Además, se evaluará la respuesta de este acero al tratamiento de endurecimiento por temple denominado “sinterhardening”. La composición del material se ha tomado de estudios previos en los que se fueron optimizando las cantidades de cada elemento. Cada una de las atmósferas, una de Endogás y otra de Nitrógeno e Hidrógeno en proporción 90/10, proporcionará un efecto diferente en el material, ya que según su composición tienen diferentes agentes reductores en cada momento del proceso de sinterizado. Las velocidades de enfriamiento diferentes también modifican algunas propiedades mecánicas ya que existe variación en las microestructuras formadas.

Los resultados obtenidos nos permitirán definir la ruta de procesado que se ha de ejecutar para optimizar las propiedades del material y que pueda competir en el mercado con otros materiales de similares características pero fabricados por otras vías y con mayor cantidad de aleantes, y por lo tanto con precios más elevados.

Abstract

During the last years, typical alloying elements' prices have been rising, and therefore producers have been working to achieve new alloying methods and new materials that could provide the same or better properties with lower costs. At this point, powder metallurgy is particularly important, because it can compete with conventional manufacturing methods by manufacturing parts of complicated geometry, in large quantities and at lower costs.

Both the phosphorus (P) and the molybdenum (Mo) are alloying elements that are not commonly used in basic manufacturing methods. However, in powder metallurgy parts, they acquire great importance because of the properties that they confer to the materials.

Small changes in the manufacturing process can generate variations in some properties. For instance compacting in a simple effect press or a double effect one, if it is used warm compaction or normal temperature compaction, increased sintering temperature, sintering time, sintering atmosphere, alloying quantity...

The company Höganäs AB has collaborated to the manufacturing of the pieces. They were able to compact the test specimens in a warm die and sintered them in semi-industrial ovens. The compaction technique used is a cutting edge technology that improves the density optimizing the process' energy consumption.

In this project we are studying the variation produced in the steel properties by the use of two different sintering atmospheres. Moreover we are going to study the effect of the hardening treatment by quenching called "sinterhardening" in this steel. The composition of the material was defined in previous works, where the quantity of each element was optimized. Each of the atmospheres, one of Endogas and one of nitrogen and hydrogen in 90/10 proportion, will provide a different effect in the material, as due to their composition they have different reducing agents in each moment of sintering process. Different cooling rates also modify some mechanical properties because there is variation in the microstructures formed

Results obtained will let us define the approach of processing that should be implemented to optimize the properties of the material so it can compete in the market with other materials with similar characteristics but manufactured by some other routes and with more alloying elements, therefore more expensive.

MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

1

1. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS	13
1.1. MOTIVACIÓN	13
1.2. OBJETIVOS	13

1. Motivación y objetivos

1.1. Motivación

Durante los últimos años se han desarrollado multitud de estudios y se han escrito numerosos artículos sobre los aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación. La tendencia es seguir avanzando para conseguir métodos de fabricación de aceros que tengan un coste bajo y con los cuáles se obtengan propiedades adecuadas para las aplicaciones más habituales, como es por ejemplo la industria automovilística. De esta forma se abaratan los costes de obtención de los aceros, gracias a los procesos más versátiles, al uso de materiales de fácil obtención y la reducción de la cantidad de aleantes necesarios.

En 2013 se publicó un artículo [1] cuya base era un estudio para conseguir aceros de baja aleación de composición optimizada. Debían reunir características similares a los aceros típicamente usados en aplicaciones industriales, pero con una cantidad inferior de aleantes y con una ruta de procesamiento más económica que la habitual.

Este proyecto trata de profundizar y afinar aún más las conclusiones obtenidas en el artículo de 2013, e intentar mejorar las propiedades para proponer una ruta alternativa real a los actuales procesos de fabricación de este tipo de aceros. Nos basaremos también en un proyecto de fin de carrera del 2014 [2] en el que se continuó la tarea de optimizar el proceso tratando de afinar aún más en la composición, por ello en este caso ya la tenemos definida.

1.2. Objetivos

En este proyecto se van a caracterizar aceros de igual composición pero con diversas modificaciones en la ruta de procesado, que mantengan un nivel de prestaciones competitivas respetando márgenes estrechos de costes.

El objetivo es conseguir ajustar la ruta de procesado a un acero de composición optimizada. Partiendo de una composición fija que permita obtener un acero multifase, se evaluará la respuesta frente a técnicas de compactación que mejoran la densidad y la resistencia en verde, así como distintas atmósferas de sinterización y respuesta a tratamientos térmicos. Para ello, se proponen los siguientes estudios:

1. Efecto de la compactación en matriz precalentada
2. Efecto de la atmósfera de sinterización
3. Efecto de la velocidad de enfriamiento

En la Figura 1 se pueden observar las fases que se han llevado a cabo en la elaboración del proyecto:

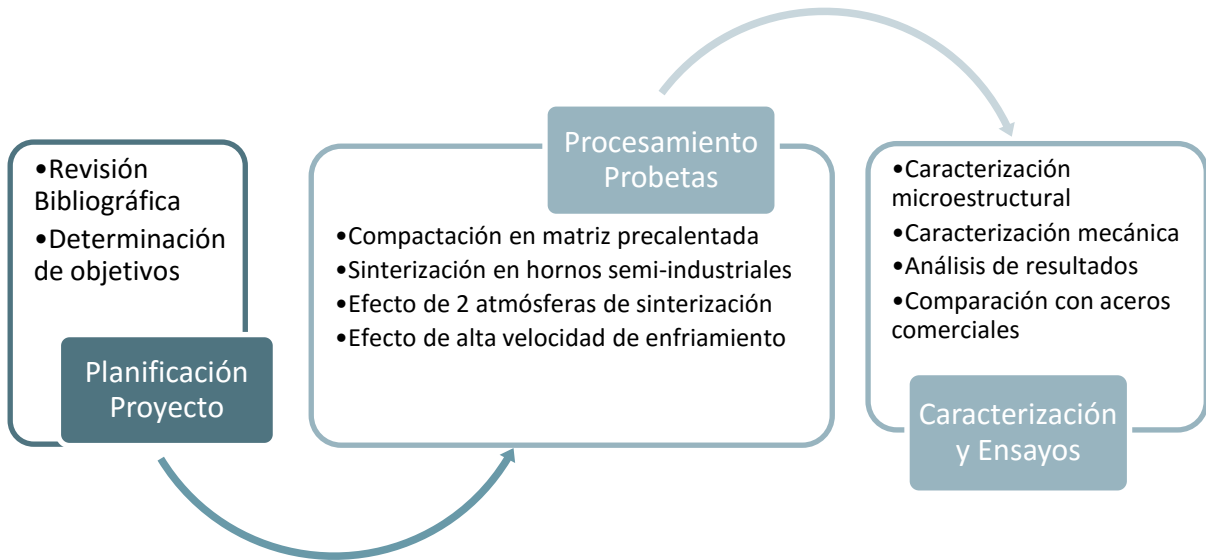


Figura 1: Secuencia de procedimientos llevados a cabo a lo largo del proyecto

ESTADO DEL ARTE

2

2. ESTADO DEL ARTE	17
2.1. INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES	17
2.2. DEFINICIÓN Y ETAPAS DEL PROCESO PM	19
2.2.1. OBTENCIÓN DEL POLVO	19
2.2.2. MEZCLADO DE LOS COMPONENTES	22
2.2.3. COMPACTACIÓN	22
2.2.4. SINTERIZACIÓN	25
2.3. ACEROS PULVIMETALÚRGICOS DE BAJA ALEACIÓN	27
2.4. EFECTO DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN	29
2.4.1. EL FÓSFORO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN	29
2.4.2. EL MOLIBDENO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN	30

2. Estado del arte

2.1. Introducción y antecedentes

La **pulvimetalurgia** o **metalurgia de polvos**, también conocida como PM (del inglés *Powder Metallurgy*), es una técnica de fabricación de componentes o piezas metálicas a partir de partículas o polvos. Esta tecnología ha evolucionado mucho a lo largo del siglo XX por las grandes ventajas que presenta: aprovechamiento de materias primas, la capacidad de producción de lotes de gran cantidad de piezas, posibilidad de obtener formas complejas, etc. Además, desde un punto de vista más tecnológico, esta vía de fabricación nos permite conseguir una mayor homogeneidad en las microestructuras, elevado control dimensional y, en ocasiones, un control de la porosidad, muy útil para determinadas aplicaciones. Son múltiples las posibilidades del sinterizado gracias a estas propiedades específicas y únicas.

El proceso consta de distintas etapas donde habría que distinguir una primera fase en la que se confiere forma y propiedades a una masa de polvos (compactación) y un tratamiento térmico para promover fenómenos de transporte de masa y conseguir la densificación (sinterización). En cualquier caso el proceso parte de polvos metálicos preparados o acondicionados de distinta manera.

Existen varios procedimientos de producción de polvos, y se usan unos u otros en función del tipo de material de partida y en función del tipo de polvo que queramos obtener (esférico, laminado, esponja, etc.), ya que cada uno tiene unas características y de ello dependen algunas propiedades de las piezas finales. Algunos ejemplos de dichas características son:

- La fluidez y la densidad aparente durante el llenado de la matriz son factores importantes.
- La compresibilidad afecta a la densidad que obtendremos finalmente.
- Recuperación elástica, conocida como “spring back”, que es importante para fabricar un utillaje apropiado.
- Resistencia en verde de la pieza obtenida tras la compactación, ya que tiene que aguantar sin que se produzcan grietas.

Para su conformado, normalmente se siguen 2 etapas: la **compactación** y la **sinterización**. Hay otras fases indispensables para completar dicho proceso, pero tienen menos relevancia desde el punto de vista de la fabricación. En la compactación se aplica al polvo una presión elevada para darle forma (dimensiones) y resistencia mecánica suficiente para su manipulación en el resto de etapas del proceso, obteniéndose lo que llamamos la “pieza en verde”. En la sinterización, se somete a la pieza a elevadas temperaturas para conseguir la unión física de las partículas metálicas a través de la difusión.

Cómo el resto de procesos de fabricación, la pulvimetalurgia a veces exige que las piezas fabricadas sean tratadas térmicamente. Sin embargo, no suele ser necesario realizar trabajos de mecanizado, ya que normalmente obtenemos acabados finales.

Algunos ejemplos de piezas fabricadas por pulvimetalurgia son:

- Los cojinetes auto-lubricados
- Las piezas para máquinas de bricolaje
- Las piezas de cerrajería
- Las poleas de transmisión y los piñones dentados de cadenas para automóviles
- Los cubos sincronizadores para las cajas de cambio

El proceso de la soldadura por forja, usado desde hace más de 8000 años, se considera el precursor de la pulvimetalurgia, en el cual se consolidaban varios fragmentos metálicos incandescentes para formar una sola pieza. En el año 3000 A.C., en Egipto, empleaban ya la pulvimetalurgia para fabricar piezas de hierro, y en civilizaciones precolombinas, para obtener adornos y joyas de oro.

No fue hasta el siglo XIX cuando la pulvimetalurgia empezó a desarrollarse como una técnica alternativa, a raíz de la necesidad de fabricar piezas imposibles de conseguir por métodos alternativos. El más claro ejemplo son las múltiples investigaciones que se llevaron a cabo para obtener platino para algunas aplicaciones.

Ya en el siglo XX se empezaron a utilizar metales pesados y porosos para fabricar piezas a partir de polvos. Se comenzó a estudiar esta técnica como una alternativa para construir filtros y cojinetes y se empezó a explorar la vía de la adición de otros materiales para mejorar ciertas propiedades. En los años previos a la II Guerra Mundial, debido a la escasez de materias primas, se desarrolló ampliamente la metalurgia de polvos base hierro, lo que dio origen a los aceros pulvimetalúrgicos, considerados hoy materiales de altas prestaciones. En 1937, General Motors, fue pionera en la introducción de piezas sinterizadas en la industria del automóvil, y en 1945 se empezaron a introducir piezas de hierro para motores eléctricos. En la década de los 60 se produjo la expansión a nivel mundial del procesado por PM. A lo largo de los años se ha continuado mejorando los procesos para conseguir que cada vez sea más eficiente y tenga un menor coste por pieza producida.

La principal ventaja que ha permitido su acelerado desarrollo, como se ha mencionado anteriormente, es la posibilidad de obtener nuevos materiales imposibles de conseguir con métodos tradicionales, gracias a la facilidad para generar aleaciones. Inicialmente se apreciaba su bajo coste, debido al ahorro de materia prima y la disminución de tratamientos posteriores, pero con el tiempo, se ha comenzado a valorar la elevada calidad obtenida y la homogeneidad, llegándose a usar en industrias como la automovilística o la aeroespacial, donde las tolerancias son muy bajas y un pequeño fallo mecánico por culpa de una pieza puede ocasionar una catástrofe. [3]

2.2. Definición y etapas del proceso PM

Es una técnica de fabricación basada en la compactación de polvos metálicos, con la cual se consigue una preforma con un mínimo de resistencia mecánica, seguida de un calentamiento a temperaturas inferiores a la de fusión del componente mayoritario, denominado sinterización, para obtener piezas con una forma prefijada. [4]

Los polvos metálicos que se utilizan son principalmente aleaciones de base hierro, usando como principales aleantes el **níquel**, el **cobre**, el **fósforo**, el **chromo**, etc.

El proceso de fabricación PM abarca desde la reducción de cualquier metal a la forma de polvo hasta la obtención final de la pieza, pasando por **4 etapas** bien diferenciadas, y una quinta etapa de acabado que no siempre es necesaria, como se puede ver en la siguiente imagen (Figura 2): [3, 4]

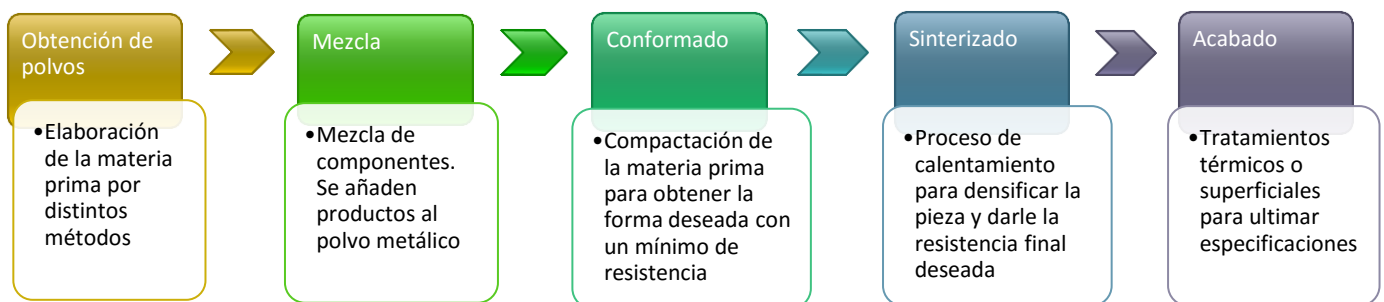


Figura 2: Etapas del proceso de fabricación por pulvimetalurgia

2.2.1. Obtención del polvo

Existen varios métodos para la fabricación de polvos metálicos y normalmente se atiende a la siguiente clasificación:

- **Métodos químicos:** reducción, electrolisis
- **Métodos físicos:** atomización
- **Métodos mecánicos:** molienda

Según el método escogido para fabricar nuestro polvo, obtendremos una forma y una distribución de tamaños de las partículas diferente, una estructura diferente, e incluso un aspecto superficial diferente. Por tanto, se debe escoger bien en función de nuestras necesidades y de los requisitos de la pieza a fabricar, ya que estas características afectan al comportamiento del polvo durante el procesado y a las propiedades finales de la pieza.

La trituración, el método mecánico por excelencia, produce partículas de polvo irregulares, mientras que la atomización de metales en estado líquido, principal método físico

de descomposición, da lugar a partículas esféricas o redondeadas, dependiendo de las condiciones. Por métodos químicos normalmente se obtienen polvos porosos, que son fácilmente compresibles. Sin embargo, con la deposición electroquímica se obtienen multitud de formas y tamaños, y es aplicable a muchos metales y aleaciones diferentes. A continuación se describe con más detalle algunos de estos procesos. [3]

REDUCCIÓN QUÍMICA

Un método ampliamente utilizado para la obtención de polvos es a través de **reacciones de reducción de óxidos metálicos**. El método consiste en calentar los óxidos metálicos en una atmósfera reductora y recoger las escorias obtenidas. Los agentes reductores pueden ser sólidos o gaseosos, siendo los más habituales el carbono y el hidrógeno, y los óxidos de partida deben ser pre tratados para asegurarnos de eliminar cualquier contaminante que pueda perjudicar la pureza del polvo final obtenido. En ocasiones, para tener una reducción completa, se pueden realizar varias etapas, incluyendo molidos intermedios.

Como proceso final, se puede someter al polvo a un tratamiento térmico de recocido para conseguir su descarburización y reducir el contenido en oxígeno. Este método es muy utilizado para obtener hierro esponja, un tipo de polvo con una elevada compresibilidad. [4]

TÉCNICAS ELECTROLÍTICAS

El otro principal proceso químico utilizado es la **electrólisis**. Se suele usar para el hierro, el zinc, el paladio, el cobre, el manganeso y la plata, entre otros. El metal que se quiere disolver actúa como ánodo en el tanque electrolítico, y se le aplica una corriente eléctrica durante un tiempo limitado para que se deposite el polvo metálico sobre el cátodo, que es una placa de otro metal. Esta deposición, posteriormente, se retira por centrifugado para eliminar restos de electrolito y después se lava con agua, se seca en un horno y si al tamizar el polvo aún hay partículas demasiado grandes, se muelen para conseguir una distribución homogénea de tamaños. [5]

ATOMIZACIÓN

Es un proceso utilizado para gran variedad de metales, de hecho, es el **proceso más empleado a nivel industrial** tanto para polvos de metales puros como de metales pre aleados. Tiene muchas variaciones o posibilidades de aplicación, comenzando por el sentido de flujo del chorro de metal, que puede ser vertical u horizontal, hasta la corriente utilizada para disociar el metal, que puede ser de gas (Figura 4), de agua (Figura 3), o incluso puede hacerse con ultrasonidos o por centrifugación [6]. Básicamente, el proceso consiste en hacer pasar un chorro de metal fundido por una corriente para que se formen multitud de pequeñas gotas de metal que se solidifican antes de caer al fondo del colector.

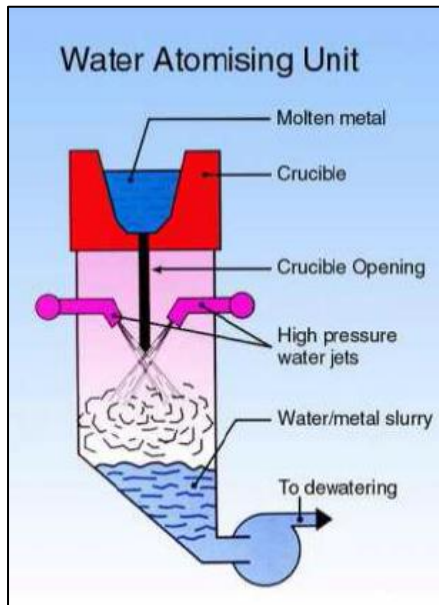


Figura 3: Proceso de atomización con agua [6]

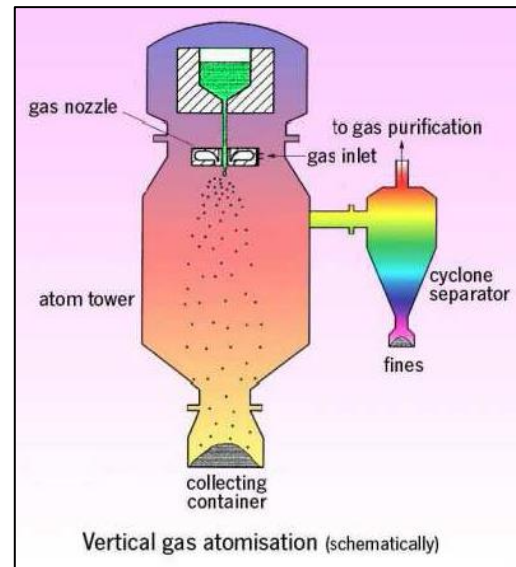


Figura 4: Proceso de atomización con gas inerte [6]

La forma y el tamaño del polvo están condicionados por la velocidad del fluido y la del haz incidente. A mayor velocidad, menor tamaño del polvo. Normalmente se forman partículas irregulares; sin embargo, por medio de la atomización con gas, con la adecuada presión y una velocidad de enfriamiento apropiada, se pueden conseguir polvos totalmente esféricos.

MOLIENDA

Esta técnica está especialmente recomendada para **materiales frágiles**, como óxidos, carburos o nitruros. Consiste en la fractura de los granos de metal por impacto contra las bolas de acero contenidas en un molino específico. El tamaño de las partículas es función de la velocidad y el tiempo de molienda, pudiéndose obtener partículas hasta de 10 μm de tamaño.

Este proceso tiene una principal desventaja frente a la atomización, y es que se utiliza **mucha energía** para conseguir la reducción de tamaño deseada. [3]

ALEACIÓN MECÁNICA

El objetivo es obtener **polvos aleados a partir de los componentes elementales**. Es un proceso de molienda, en el que se usan molinos de alta energía, pero con la excepción de que en este caso, a la par que se fracturan los granos, estos se sueldan entre sí y con las partículas de aleante y se vuelven a fracturar. De esta forma, finalmente se obtienen partículas con composición homogénea de aleantes. [3]

2.2.2. Mezclado de los componentes

La siguiente fase es el mezclado de los polvos que se van a utilizar en el proceso pulvimetalúrgico, así como de otras sustancias que se quieran añadir para mejorar las características físicas del polvo (flujo, compresibilidad...). El mezclado debe tener una duración apropiada puesto que necesitamos que la mezcla sea homogénea, y que haya una distribución de tamaños igual en todo el volumen a compactar.

Una adición importante es el **lubricante**. Se debe añadir para evitar la fricción entre las partículas y sobre todo, la fricción entre la pieza y las paredes de la matriz cuando se está operando en la prensa. Además de facilitar el prensado y la extracción de la pieza, se protege a la prensa de fallos y se alarga el número de ciclos de funcionamiento. Los principales lubricantes que se utilizan son el **estearato de zinc y el ácido esteárico**, aunque hay estearatos de otros metales como calcio, aluminio o magnesio que también se usan con frecuencia. Estas sustancias deben ser eliminadas en la etapa inicial de la sinterización. La cantidad apropiada de lubricante debe ser menor al 1% en masa. Actualmente se están descubriendo nuevos lubricantes que poseen mejores propiedades, por lo que se pueden añadir en menor cantidad, lo que favorece su eliminación. Además, se elimina otro gran inconveniente y es que la cantidad de lubricante reduce la fluidez del polvo.

Para conseguir la eliminación del lubricante se tiene que aprovechar la primera parte de la sinterización, donde se elimina quemándose debido a las elevadas temperaturas. [4]

2.2.3. Compactación

La compactación es la fase en la que, por medio de una fuerte presión, se logra dotar al polvo de la forma casi definitiva (no es la forma final debido a que después se produce una contracción en la sinterización) y de la resistencia suficiente para poder ser manipulada sin romperse durante las sucesivas etapas del proceso. Dicha compresión se lleva a cabo con unos punzones, y el polvo se encuentra alojado en una matriz, que es el negativo de la pieza que queremos construir.

En la compactación se distinguen 3 fases:

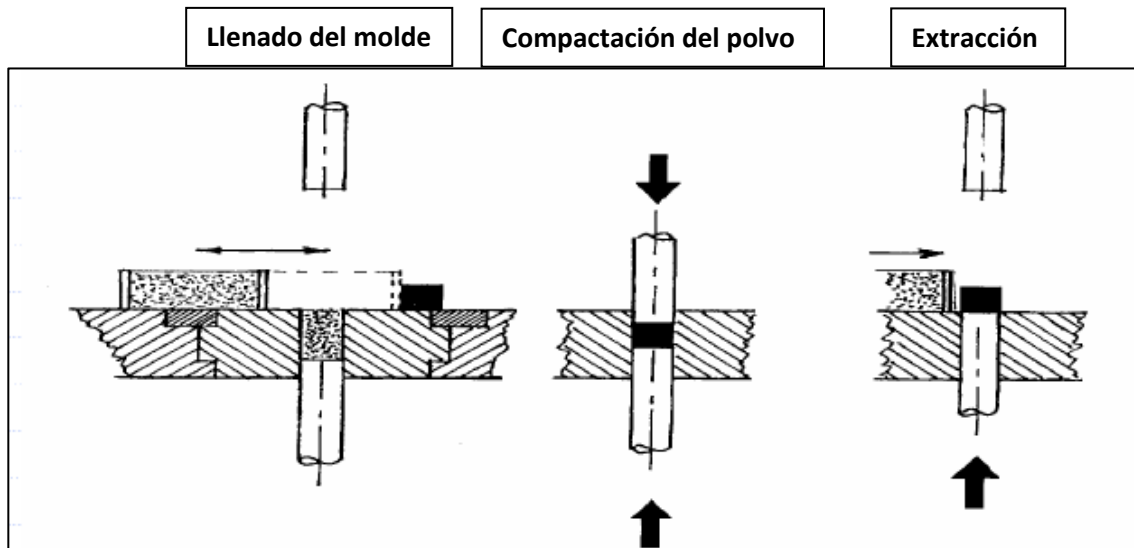


Figura 5: Fases de la compactación [6]

Se puede incluir entre la fase de llenado y la de compactación en la Figura 5, una fase de transferencia del polvo, en la que se aplica una pequeña presión antes de la presión de trabajo para que las partículas de polvo se acoplen bien entre sí.

La presión puede aplicarse con **prensas mecánicas** o **prensas hidráulicas**. Estas últimas tienen más potencia, pero son bastante más lentas. La presión en la compactación uniaxial se puede transmitir al polvo típicamente de 3 maneras distintas:

- **Simple efecto:** El punzón inferior permanece inmóvil y es el superior el que aplica la presión.
- **Doble efecto:** se aplica presión por arriba y por abajo con dos punzones que se mueven en sentidos opuestos
- **Con matriz flotante:** Es una variación de la compactación con doble efecto en la que la matriz acompaña el movimiento de la pieza para disminuir rozamientos, lo que mejora su extracción y la calidad superficial de la pieza.

En cualquiera de estos métodos de compactación, la cohesión entre las partículas de polvo es posible gracias a los siguientes fenómenos:

1. La rotura de la película que envuelve a la partícula de polvo.
2. El ensamblaje entre partículas, facilitado por las irregularidades de la superficie de los polvos.
3. Los calentamientos locales producidos por la presión, que pueden llegar a producir soldaduras en caliente.
4. La soldadura en frío debida a la captura de electrones libres de la superficie y a las fuerzas de Van der Waals.

La pieza en verde obtenida tiene una distribución de densidades no uniforme, que depende de su forma y del tipo de compactación que elijamos.

Una variable que se puede añadir en el proceso de compactación es hacerlo elevando la temperatura. Existen varias formas: incrementando la temperatura de la matriz y de los punzones, prensando en un ambiente a mayor temperatura, precalentando los polvos antes de prensarlos... de esta forma favorecemos la difusión y la soldadura entre las partículas y, consecuentemente, se obtienen mayores densidades en verde. [4]

2.2.3.1. Compactación de alta densidad: Compactación uniaxial con matriz precalentada

La compactación uniaxial implica que la presión se aplica en una única dirección. Esto conlleva algunas limitaciones de tamaño y forma, pero abarata el producto final debido a que se pueden realizar procesos de tipo semicontínuo. El contexto de la tecnología es el de piezas pequeñas, gran complejidad en una de sus direcciones y grandes series de producción. El problema es que con estos métodos no se obtienen densidades competitivas respecto a otros procesos.

Uno de los avances para conseguir mayores densidades en verde es el uso de matrices precalentadas y polvos precalentados para compactar. Esta tecnología permite conseguir densidades mayores con ciclo único de compactación y sinterización (1P1S), llegando a obtener densidades próximas a la teórica. Podemos encontrar dos técnicas diferentes: “warm compaction”, que consiste en precalentar tanto la matriz como los polvos a prensar; y “warm die compaction”, en la que sólo se calienta la matriz. Para la fabricación de las probetas de este proyecto se ha utilizado la “warm die compaction”. La temperatura a la que normalmente se encuentra la matriz en esta variante varía entre 50°C y 100°C. De esta forma se han evitado algunos problemas que se presentan al calentar el polvo, como la pérdida de fluidez. Los avances en la tecnología de fabricación de lubricantes han permitido también que se puedan obtener altas densidades con un bajo contenido en lubricantes, lo que reduce en parte la porosidad y la recuperación elástica. [7]

La compactación con matriz precalentada permite obtener una distribución de densidades más homogénea que mejora las tolerancias. También disminuye el límite elástico del material a prensar, lo que aumenta su compresibilidad y es lo que permite que consigamos mayores densidades que se traducen en una mejora de las propiedades mecánicas. La resistencia a tracción y a fatiga aumentan linealmente, mientras que el alargamiento y la resistencia al impacto lo hacen exponencialmente, como podemos observar en la Figura 6. [8]

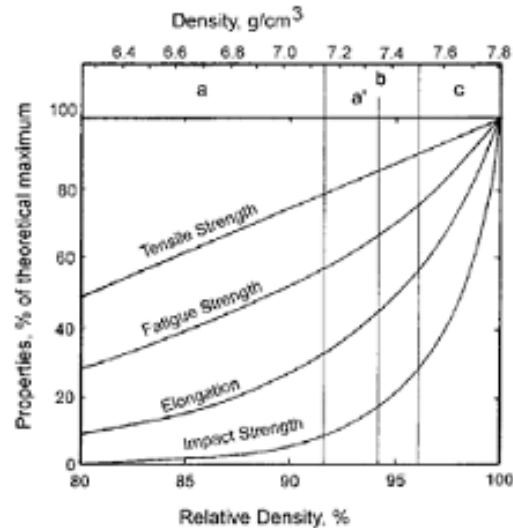


Figura 6: Relación entre la densidad y las propiedades mecánicas [8]

2.2.4. Sinterización

La sinterización es un **tratamiento térmico** de un polvo o compacto a una **temperatura inferior a la de fusión del constituyente mayoritario**, en la que la pieza adquiere sus propiedades finales por medio de la unión de las partículas por difusión de material. Es un proceso que conduce al cambio de la porosidad y la geometría de la pieza, y además, a determinadas temperaturas puede surgir una fase líquida. [9]

A lo largo del proceso de sinterización podemos observar una evolución con distintos pasos bastante bien definidos. Primeramente se produce un acercamiento de las partículas, entre las cuales se forman unos cuellos; a continuación, ocurre el crecimiento de dichos cuellos por transporte de masa desde otras zonas de las partículas, hasta el punto que se produce el aislamiento de los poros. Los granos se van juntando cada vez más, hasta que quedan pequeños poros redondeados y el compacto queda densificado.

Existen 5 mecanismos de transporte principales que pueden verse gráficamente en la Figura 7:

1. **Difusión superficial.**
2. **Difusión en borde de grano.**
3. **Difusión en volumen.**
4. **Fluencia plástica.**
5. **Evaporación/condensación.**

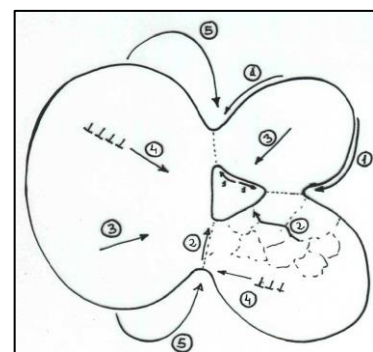


Figura 7: Mecanismos de transporte de masa entre granos [6]

La sinterización necesita desarrollarse en atmósferas controladas, que pueden ser con gases inertes, reductores, carburantes, nitrurantes u oxidantes, o incluso en vacío, en función de las características que busquemos en nuestro material. El control de dicha atmósfera se lleva a cabo en el interior de los hornos, donde también se controla el tiempo de sinterizado, la temperatura, y las velocidades de calentamiento y enfriamiento, que serán diferentes según lo que queramos conseguir. Es importante mantener bien aisladas las zonas con diferentes atmósferas, pues cualquier elemento no deseado puede afectar a las propiedades del material final.

En los hornos nos encontramos usualmente con 3 zonas diferenciadas, casi siempre cámaras semi independientes, en las que tienen lugar distintos procesos y por tanto existen atmósferas diferentes. En la primera cámara se produce un calentamiento, suele ser rápido, y en este momento se aprovecha para eliminar los lubricantes añadidos inicialmente al polvo. La segunda cámara es en la que se produce la sinterización propiamente dicha. La atmósfera aquí debe estar muy controlada, ya que se suele aprovechar para añadir algún elemento al material, como es el caso del carbono, o incluso para disminuir la cantidad de algún elemento perjudicial, como algunos óxidos. El tiempo debe ser el adecuado para no estropear el material. Finalmente, en la tercera cámara, tiene lugar el enfriamiento. Suele ser un enfriamiento lento y la atmósfera protectora se debe seguir controlando, hasta que se llegue por debajo de una temperatura a partir de la cual el metal no sufra el riesgo de oxidarse y por tanto pueda salir del horno.

Si en la sinterización sobrepasamos la temperatura de fusión de alguno de los constituyentes, éste formará una fase líquida, lo que favorece su difusión entre los intersticios de la pieza y ayuda a densificar el material. Sin embargo, se debe controlar minuciosamente la cantidad de fase líquida originada, ya que no es fácil controlar la variación dimensional y es difícil optimizar el proceso por la cantidad de variables que entran en juego. [10]

2.2.4.1. Las atmósferas de sinterización

El factor más relevante para definir que atmósfera debemos seleccionar para realizar la sinterización es la composición del material a sinterizar. Muchos de los nuevos materiales que se usan en la actualidad incluyen aleantes muy afines por el oxígeno y por tanto limitan el tipo de atmósfera que se puede utilizar.

Para este proyecto se ha decidido utilizar 2 atmósferas de sinterización diferentes en cuanto a su generación: Endogás, generada a partir de una combustión endotérmica e incompleta de aire e hidrocarburo llevada a cabo en presencia de un catalizador; y una mezcla de nitrógeno e hidrógeno (N_2-H_2), cuya relación porcentual define las propiedades de la atmósfera, y se ajusta en función del material que se vaya a sinterizar. [11]

Ambas atmósferas son también diferentes en cuanto a su naturaleza. La de Endogás puede tener un carácter oxidante en la sinterización de aceros de baja aleación, mientras que las de N_2-H_2 son reductoras, haciendo que sean ideales para sinterizar materiales con alta afinidad por el oxígeno. El agente reductor mayoritario puede variar con la temperatura a lo largo del proceso de sinterización. En ambas atmósferas, a bajas temperaturas predominará el H_2 como agente reductor, mientras que a elevadas temperaturas ($1000^\circ C \sim 1200^\circ C$) el agente reductor mayoritario es el carbono (C/CO). [12]

2.3. Aceros pulvimetalúrgicos de baja aleación

En la pulvimetalurgia de los aceros de baja aleación, al igual que en el resto del sector industrial, se ha producido una gran evolución a causa de las nuevas necesidades y exigencias del mercado.

Fue a mediados del siglo XX cuando se empezaron a añadir aleantes a los habituales sistemas Fe y Fe-C. El primer aleante que se comenzó a usar fue el Cobre (Cu). Este metal producía una fase líquida en el proceso de sinterización que favorecía su difusión. Sin embargo, esto conllevaba algunas desventajas, como el crecimiento producido tras la sinterización o la cantidad y el tamaño de la porosidad del material al quedar desalojados los huecos ocupados primeramente por las partículas de Cu (porosidad secundaria).

El siguiente material en ser introducido fue el Níquel (Ni). Este material tiene en común con el Cobre su baja difusividad en el hierro, lo que obligaba a realizar el proceso de sinterización a muy alta temperatura o durante tiempos demasiado elevados. El Níquel mejoró las propiedades mecánicas, pero se producía una contracción, con lo que seguía habiendo incertidumbre en cuanto a la variación dimensional. En caso de usar combinados el Cobre y el Níquel, sus efectos se contrarrestaban. [13]

En los sucesivos avances para controlar la variación dimensional de las aleaciones PM se introdujo el Fósforo (P). Este material estabiliza la fase alfa (α) del hierro y activa la sinterización debido a la formación de fase líquida. Esto implica una mejora de la ductilidad del material gracias a la formación de porosidad redondeada.

Gracias a los avances que se iban produciendo en la industria se pudo introducir el Molibdeno (Mo). Este material era ampliamente empleado en la metalurgia convencional y cumplía con el requisito básico para la pulvimetalurgia que es una baja afinidad por el oxígeno. La creación de aleaciones cada vez más complejas dio paso a importantes avances en el campo de la producción de polvos: procesos de mezcla, nuevos métodos de aleación, o nuevas calidades de polvos basadas en los nuevos sistemas de difusión.

Ya a finales del siglo XX, los fabricantes de piezas PM se veían en la necesidad de seguir mejorando para competir a nivel industrial con los aceros convencionales, y esto produjo importantes avances para obtener mayor densificación, centrando todos sus esfuerzos en mejorar los procesos de compactación y sinterización. En el primer caso, la introducción de nuevos lubricantes y la mejora en los equipos empleados, que permitieron aumentar significativamente las presiones de compactación, dieron paso a la compactación en caliente, el gran avance que supuso un paso de gigante para lograr la máxima densificación. En el campo de la sinterización, el aumento de las temperaturas mejoró las propiedades mecánicas y frente a la corrosión de los materiales, y además los aleantes difundían mejor en el hierro.

A lo largo de las últimas 2 décadas se han venido desarrollando aceros de muy baja aleación. Estos aceros tienen un propósito fijo, y es conseguir las propiedades demandadas por los sectores industriales sin dejar de ser competitivos. Los precios de algunos materiales que hasta el momento habían sido aleantes habituales (Cu, Ni, Mn...) [14] se han ido incrementando, de manera que los costes de algunas piezas se disparaban. Junto a este problema económico aparece otro de tipo medioambiental, ya que algunos materiales han sufrido restricciones y limitaciones de uso.

Frente a esta situación, los productores de piezas pulvimetalúrgicas comenzaron a buscar una solución. Las primeras investigaciones intentaban emplear materiales más económicos con unas propiedades específicas. Cuando se hubo resuelto el tema de las características de los polvos, se empezó a actuar más a fondo sobre el proceso de producción (compactación, sinterización...), con el fin de ahorrar costes de fabricación. Se descubrieron nuevas combinaciones de materiales que sorprendentemente ofrecían nuevas propiedades y algunos tratamientos que reducían el tiempo y el precio de fabricación de cada una de las piezas, logrando igualar, e incluso mejorar, las propiedades mecánicas de las piezas.

Las propiedades que anteriormente se conseguían gracias a metales de aleación, como la compresibilidad, templabilidad, resistencia, dureza superficial, etc. se pueden lograr ahora mediante tratamientos térmicos o mediante pretratamiento de los polvos. Por ejemplo, una característica básica de los polvos utilizados es que deben ser pre aleados, ya que de esta manera la distribución de la cantidad de aleante es más homogénea, y sus efectos se harán más notables.

Actualmente se continúa trabajando para lograr introducir mayor variedad de metales en las aleaciones, para perfeccionar los métodos de difusión y para mejorar, sobre todo, la variación dimensional y la templabilidad de los materiales. [3]

2.4. Efecto de los elementos de aleación

Los elementos de aleación utilizados pueden influir en las propiedades del sinterizado. Según haya sido el método de aleación de los polvos a utilizar presentarán unas ventajas u otras. Se presentan a continuación en la Tabla 1: Ventajas y desventajas de cada uno de los métodos de aleación de polvos. [6]

	VENTAJAS	DESVENTAJAS
MEZCLA	<ul style="list-style-type: none"> Mantiene la compresibilidad 	<ul style="list-style-type: none"> Existe segregación de las partículas por diferencia de tamaño, densidad...
PREALEADO	<ul style="list-style-type: none"> No hay segregación de elementos de aleación. Homogeneidad de las piezas sinterizadas Buenas tolerancias 	<ul style="list-style-type: none"> Baja compresibilidad Es difícil cambiar el sistema de aleación
PREDIFUNDIDO	<ul style="list-style-type: none"> Mantiene la compresibilidad La segregación de los elementos de aleación es baja 	<ul style="list-style-type: none"> La composición es fija Se pueden producir ciertas segregaciones de los polvos de mayor tamaño

Tabla 1: Ventajas y desventajas de cada uno de los métodos de aleación de polvos [6]

En nuestro caso los polvos utilizados son pre aleados, por tanto tendremos una composición muy homogénea, lo que nos proporciona buenas propiedades mecánicas.

El Mo favorecerá la formación de estructuras con elevada dureza y también ductilidad. Al estar en forma de polvo pre aleado favorece la homogeneidad del material. Se ha demostrado en diferentes estudios que el Mo tiende a mejorar las propiedades mecánicas del material. [15]

El P proporciona una fase líquida en la sinterización, lo que favorece la densificación y la formación de porosidad redondeada. Ambos efectos unificados proporcionan una relación resistencia/ductilidad excepcional. [6]

2.4.1. El Fósforo como elemento de aleación

El Fósforo normalmente no suele ser un aleante muy usado en otros métodos de fabricación, puesto que produce segregación en los bordes de grano y no difunde bien en el

hierro. Sin embargo, en la pulvimetalurgia, durante las últimas 3 décadas se ha reconocido su papel, ya que aporta grandes ventajas. Es un gran potenciador del proceso de sinterización, consiguiendo disminuir los tiempos y las temperaturas del tratamiento, gracias a la fase líquida que se genera. En comparación con otros aleantes, el P es el elemento que mayor endurecimiento por solución sólida le proporciona a la ferrita. Aleaciones Fe-C-P o Fe-C-Cu-P son usadas comúnmente para aplicaciones estructurales, aunque no se pueden aplicar tratamientos para endurecerlos más, pues a elevadas temperaturas aparece la segregación del Fósforo y se producen grietas, las cuales son inconcebibles en elementos estructurales [16].

La masa fundida que se forma se distribuye entre las partículas provocando una elevada velocidad de transferencia de masa y favoreciendo la difusión del fósforo en el hierro. A la temperatura de sinterización de 1120°C el fundido desaparecería rápidamente dejando ferrita rica en fósforo y austenita con bajo contenido en este. Las regiones austeníticas se irán reduciendo hasta desaparecer. En nuestro caso, con 0,6% de P, la austenita no desaparecerá del todo. Debido al elevado grado de autodifusión del hierro en la austenita, la velocidad de sinterización es muy elevada y propicia la formación de porosidad redondeada y la contracción de las piezas sinterizadas. [17]

Una de las principales razones de utilizar el fósforo en pulvimetalurgia es que incrementa la resistencia sin mermar la ductilidad, gracias a dicha porosidad redondeada. Diferentes estudios demuestran que la cantidad idónea de fósforo que se debe añadir no debe ser superior a 0,6%, y normalmente se añade como ferrofósforo o como polvos pre aleados. Las propiedades mecánicas con dicha cantidad de P son las ideales, consiguiendo buena resistencia, alta ductilidad y elevada densidad gracias a la contracción conseguida. [3]

En estas aleaciones suele aparecer la fractura frágil para contenidos elevados de fósforo, por encima del 0,6% debido a la precipitación de fases Fe_3P en bordes de grano por la segregación del fósforo. [17]

2.4.2. El Molibdeno como elemento de aleación

El Mo es un elemento muy usado como aleante en pulvimetalurgia de baja aleación ya que proporciona una buena combinación de resistencia y ductilidad, lo que hace a los aceros aleados con molibdeno apropiados para situaciones sometidas a cargas mecánicas. [3]

Normalmente estos materiales se fabrican con polvos pre aleados, aunque pueden hacerse por mezcla de polvos elementales. En la sinterización, los aceros Fe-Mo-C pueden formar fase líquida a temperaturas que se aproximan a los 1250°C. Primeramente se forman carburos, algunos de los cuales permanecerán sin disolver, y tras un tiempo largo de sinterización se forma una fase líquida transitoria que penetra rápidamente por los intersticios

de las partículas de polvo. Las partículas de Mo dejan huecos pequeños dando lugar a porosidad secundaria. Este es uno de los motivos por los que las partículas de Mo deben ser pequeñas. La presencia de esta fase líquida, que favorece la difusión del Mo entre los bordes de grano del acero, favorece la homogeneización del material y ello conlleva una mejora sustancial de las propiedades mecánicas, destacando la mejora que se observa en el alargamiento y la resistencia al impacto [18]. En nuestro caso no aparecerá fase líquida de Mo ya que no alcanzamos temperaturas tan elevadas.

Uno de los problemas de los elementos de aleación, es que cuanto mayor cantidad se añade menor será la compresibilidad del polvo, como puede observarse en la Figura 8. El elemento que más afecta es el carbono, por ello siempre se añade en pequeñas cantidades. El molibdeno es de los materiales que menos afecta a la compresibilidad, por ello está aumentando su popularidad en materiales pulvimetalúrgicos. En nuestro caso se ha añadido un 1,12% de Mo, por lo que la disminución de la compresibilidad es menor de $0,1 \text{ g/cm}^3$, como puede observarse en la Figura 8. [19]

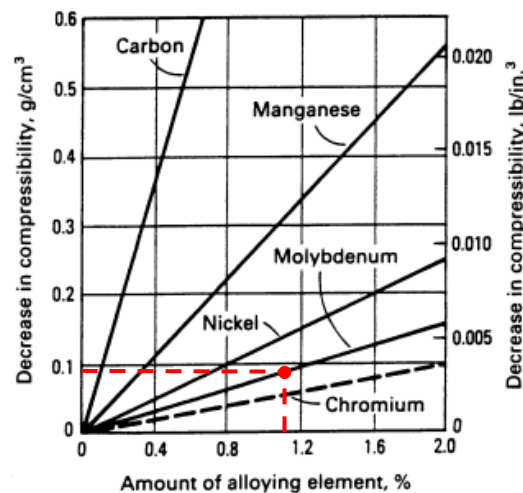


Figura 8: Disminución de la compresibilidad según la cantidad de aleante añadido al material [19]

El Mo resulta ser un material muy apropiado para tratamientos de endurecimiento, ya que genera microestructuras muy duras. Tratamientos como el "sinterhardening" propician la formación de estructuras de no equilibrio como la bainita y la martensita. Dependiendo de la dureza que requiramos en nuestro material añadiremos mayor o menor cantidad de Mo. Cuanto más cantidad de Mo mayor dureza obtendremos (Figura 9). [19]

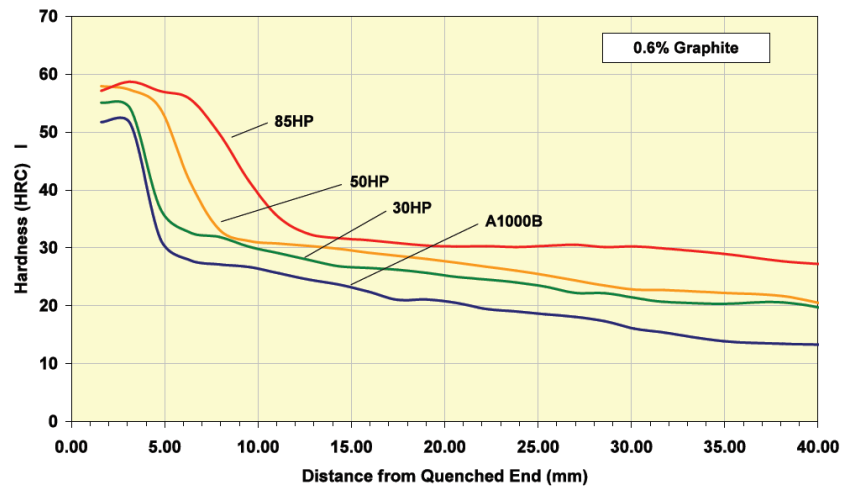


Figura 9: Dureza Jominy de materiales con un porcentaje de Mo de 0,3%, 0,5% y 0,85% comparados con un acero Fe-C [19]

MATERIALES Y PROCESO EXPERIMENTAL

3

3. MATERIALES Y PROCESO EXPERIMENTAL	35
3.1. MATERIALES	35
3.1.1. POLVO ASTALOY MO	36
3.1.2. POLVO PASC60	36
3.1.3. GRAFITO	36
3.2. FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS	37
3.2.1. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS: MEZCLA Y COMPACTACIÓN	38
3.2.2. SINTERIZACIÓN	39
3.3. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO	40
3.4. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES Y ENSAYOS REALIZADOS	40
3.4.1. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICAS	41
3.4.2. ENSAYOS METALOGRAFICOS	42
3.4.3. ENSAYOS MECÁNICOS	44

3. Materiales y proceso experimental

En el presente proyecto se pretende estudiar el comportamiento y las características de un acero sinterizado Fe-P-Mo-C con una composición química determinada y sinterizándolo en dos atmósferas diferentes: Endogás y 90% N₂/10% H₂.

Mediante diferentes ensayos mecánicos y un análisis metalográfico para conocer la microestructura de los dos tipos de acero fabricados (uno por cada atmósfera) se quiere comparar este material con otros aceros de similares características pero con un porcentaje de aleantes mucho mayor. Veremos más adelante que compite con aceros que tienen entre un 5 y un 6% de aleantes.

Los ensayos realizados han sido:

- Ensayo de tracción.
- Ensayo de impacto Charpy.
- Ensayo de dureza en escala Vickers (HV10 y HV30).
- Medida de la cantidad de carbono (LECO).
- Medida de la densidad de las piezas por el principio de Arquímedes.
- Embutición de muestras y observación de las mismas en el microscopio óptico y en el electrónico.

3.1. Materiales

La composición que se ha utilizado para fabricar todas las probetas de ensayo en una mezcla de dos polvos pre-aleados al 75/25: 75% de polvo Astaloy Mo, acero aleado con un 1,5% (peso) de molibdeno (Mo), y 25% de polvo PASC60, acero comercial de Höganäs con 0,6% (peso) de fósforo (P). Además se ha añadido para todas las muestras un 0,5% (peso) de carbono (C) en forma de polvo de grafito. Se puede ver mediante un sencillo cálculo que el porcentaje de aleantes no supera el 2%:

25% (PASC60) +75% (Astaloy Mo) +0,5% Grafito → Equivale a una composición en peso de:

Fe – 1,125 Mo – 0,15 P – 0,5 C

3.1.1. Polvo Astaloy Mo

El Astaloy Mo es un polvo de acero atomizado por agua que está pre aleado con un 1,5% de molibdeno. Está caracterizado por su elevada compresibilidad y porque proporciona una microestructura homogénea una vez que se ha sinterizado. También posee buena templabilidad, lo que le convierte en un polvo perfecto para materiales que requieran de una gran dureza, tanto superficial como en el interior del material.

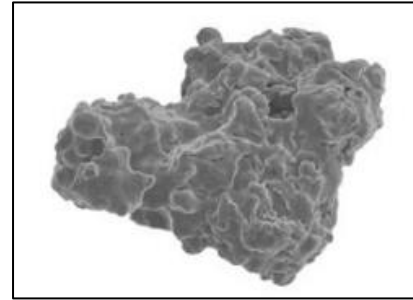


Figura 10: Partícula de polvo Astaloy Mo. [20]

Como todos los polvos atomizados, posee la apariencia característica de los hierros esponja, con gran cantidad de huecos intersticiales en cada partícula. Se suelen utilizar adiciones de cobre y/o grafito. [20]

3.1.2. Polvo PASC60

Es un polvo de hierro comercial, relativamente barato, que contiene una pequeña cantidad de fósforo (0,6 % de P) como elemento aleante. Es igual que el acero PNC60, pero el PASC está fabricado partiendo del polvo de hierro atomizado ASC100.29, el cual es especialmente adecuado para piezas estructurales de alta densidad, por lo que poseen una compresibilidad muy elevada. Consiste en añadir al ASC100.29 pequeñas partículas de ferrofósforo (Fe_3P) de manera especial.

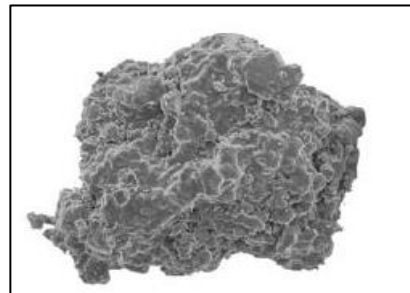


Figura 11: Partícula de polvo PASC 60. [20]

Las piezas sinterizadas aleadas con fósforo tienen como propiedades características elevada ductilidad y alta resistencia, la cual puede aumentarse aún más añadiendo a la mezcla grafito y/o cobre. [20]

3.1.3. Grafito

El polvo de grafito es la forma habitual de añadir carbono en las aleaciones pulvimetalúrgicas. Se añade porque favorece la formación de ciertas microestructuras y proporciona dureza y resistencia al material, pero además, posee propiedades que lo hacen ideal para los procesos pulvimetalúrgicos, ya que favorecen el proceso de compactación, como su buena fluidez, la capacidad de compactación y el efecto lubricante que produce. Además,

tiene otras características como: buena resistencia a los productos químicos, ácidos, etc., buena resistencia a la temperatura (aunque se oxida en aire a partir de los 500°C) y es buen conductor térmico y eléctrico. [3]

3.2. Fabricación de las probetas

A continuación se describe el proceso de fabricación de las probetas que serán sometidas a ensayo, desde la obtención de la mezcla de polvos hasta el sinterizado final en cada una de las distintas atmósferas. Todo el proceso descrito en la Figura 12 se ha llevado a cabo en las instalaciones de la empresa Höganäs, en Suecia.

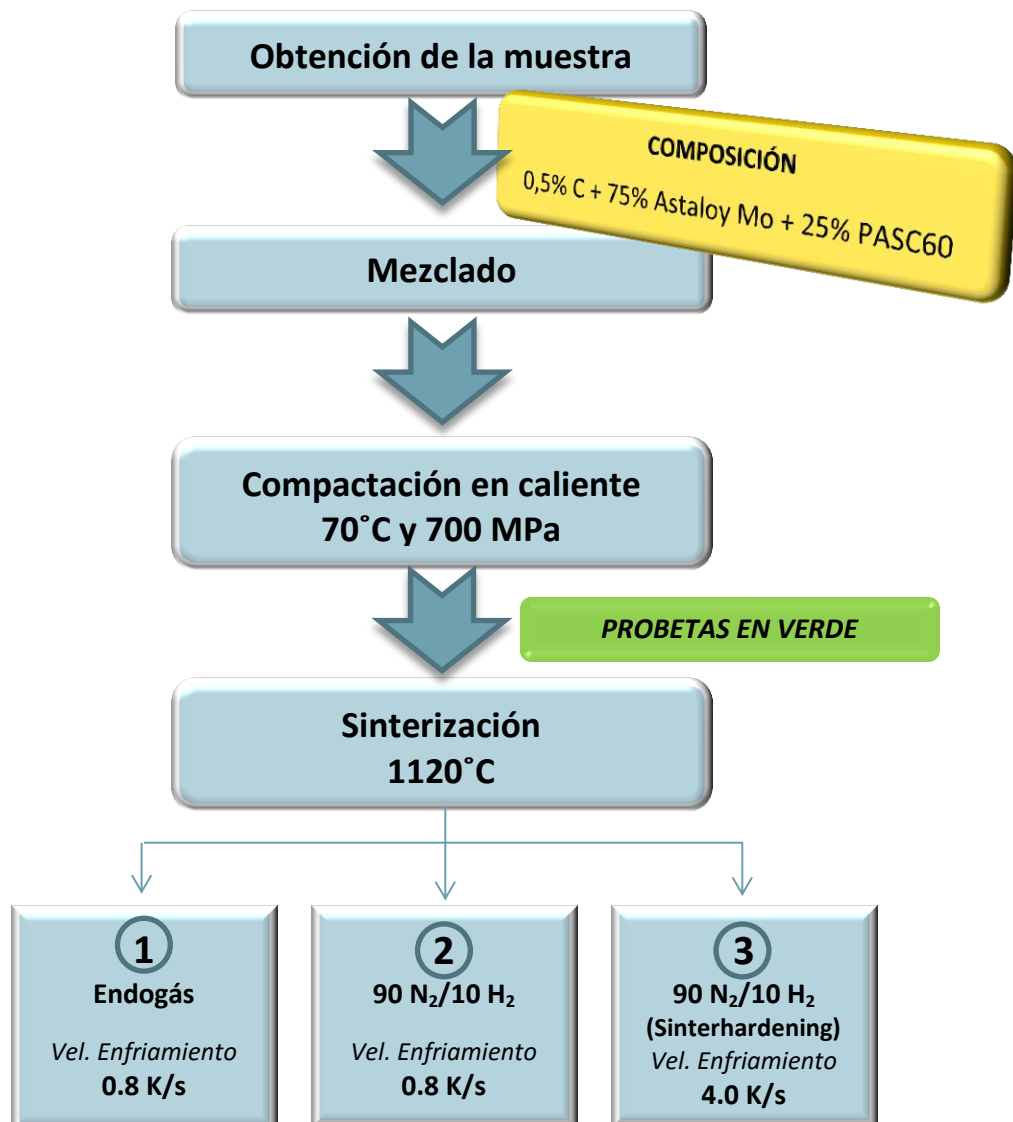


Figura 12: Proceso de obtención de las muestras de material

La única diferencia de procesamiento entre los 3 lotes que estudiamos en este proyecto está en la parte final, bien en el sinterizado, por haber usado atmósferas diferentes o bien tras dicho proceso, por usar una velocidad de enfriamiento mayor o menor, lo que influye en la microestructura final obtenida. Todas las probetas se han compactado en caliente.

3.2.1. Obtención de las muestras: mezcla y compactación

En este proyecto se ha utilizado una única composición de acero para realizar las probetas de ensayo, la cual consiste en una mezcla de 2 polvos de acero comerciales de la empresa Höganäs (Suecia). La proporción que se ha decidido usar es **75% de Astaloy Mo** y **25% de PASC60**. La cantidad de carbono añadida es del 0,5%. La decisión de dicha composición viene definida por el estudio anteriormente realizado en el que, tras varios ensayos similares a los realizados en el presente proyecto, se llegó a la conclusión de que era la mezcla de estos componentes que mejor combinación de propiedades podría presentar. [2, 3]

Para conseguir una buena **homogeneidad** en la mezcla de polvos obtenida anteriormente es necesario realizar un mezclado automático en un molino mezclador. El polvo se introduce en un pequeño contenedor y se somete a un movimiento tridimensional, donde se agita y se cambia continuamente de dirección para conseguir un reparto homogéneo de las partículas de los distintos tamaños presentes en la mezcla.

La fase de compactación se ha llevado a cabo **con temperatura en un proceso denominado “warm die compaction”**. Este novedoso proceso favorece la densificación del material al minimizar la cantidad de lubricante necesaria, si se compara con la compactación convencional en matriz. Se ha realizado una compactación con una presión de 700 MPa en una matriz a 70°C. Esta presión es típica en aleaciones pulvimetalúrgicas de base hierro, ya que una presión mayor puede dañar los punzones por sobrepresión.

La matriz utilizada para cada tipo de probeta tiene una forma normalizada, según el ensayo al que se las vaya a someter a posteriori. Para este proyecto se han compactado un total de 66 probetas: 30 para ensayos de tracción, 21 para ensayos Charpy y 15 discos para realizar los ensayos de dureza. De todas estas probetas, un tercio de cada tipo se ha sinterizado en atmósfera de Endogás y los otros dos tercios en atmósfera de Nitrógeno, siguiendo una mitad un proceso de enfriamiento lento, y la otra mitad un enfriamiento rápido (“sinterhardening”). Pueden verse estas cantidades en la Tabla 2.

LOTE	1	2	3	TOTAL
ATMÓSFERA	Endogás	90 N ₂ /10 H ₂	90 N ₂ /10 H ₂ (Sinterhardening)	
ENSAYO				
Tracción	10	10	10	30
Charpy	7	7	7	21
Discos	5	5	5	15
TOTAL	22	22	22	66

Tabla 2: Cantidad de probetas fabricadas de cada lote

3.2.2. Sinterización

El objetivo de este estudio es comparar tres materiales que se diferencian únicamente en el proceso de sinterizado o de su posterior enfriamiento, ya que la composición ha quedado definida en anteriores estudios o proyectos y es la misma para todos los lotes. En este caso cada lote de piezas se ha sinterizado en una atmósfera diferente, pero siguiendo el mismo proceso y con la misma temperatura: 1120°C. Las dos atmósferas utilizadas han sido:

- N₂-H₂ en proporción 90/10
- Endogás

El proceso seguido para dos de los lotes en ambas atmósferas ha sido un calentamiento a 25°C/min aproximadamente, mantenimiento a 1120°C durante 30 minutos y un enfriamiento lento (a unos 0,8°C/s de media), como puede verse en la Figura 13 en color azul. El tercer lote ha seguido el mismo proceso, en atmósfera de nitrógeno, a excepción del enfriamiento final que ha sido a unos 4°C/s, el cual puede verse en color rojo en la Figura 13. Este enfriamiento rápido se denomina “sinterhardening” y con él se persigue mejorar las propiedades mecánicas del material, sin necesidad de tratamientos posteriores al proceso de sinterización, de manera que se minimizan costes [21]. No se ha realizado ningún tipo de tratamiento posterior a ninguna de las piezas.

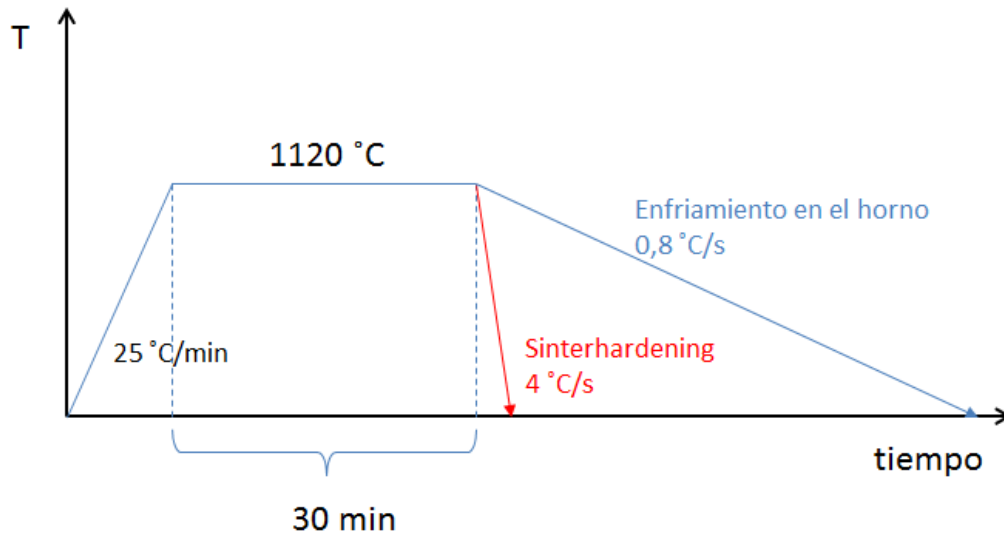


Figura 13: Esquema del proceso de sinterización

3.3. Determinación del porcentaje de Carbono

En los procesos de fabricación de piezas por pulvimetalurgia es habitual que la composición final de los materiales no sea la que se utilizó en la mezcla original. El motivo de esta variación se encuentra principalmente en el proceso de sinterizado, ya que dependiendo de la atmósfera utilizada, los aditivos de la mezcla pueden variar, ya sea a mayor cantidad, o a menor cantidad. En este proyecto nos interesa conocer la cantidad de Carbono (%C) que queda en el material después de ser sinterizado, ya que nos permitirá explicar los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos a realizar (dureza, tracción, etc.). [22]

Someteremos a las muestras a un análisis cuantitativo de Carbono en un equipo LECO CS-200. Se quema un fragmento de unos 0,4 gramos junto con un fundente en un horno de inducción de alta frecuencia y se mide el dióxido de carbono de los productos de la combustión en una célula de infrarrojos para conocer la cantidad de carbono contenida en el material. Se realizaron 9 ensayos, 3 por cada material, y después se tomó como resultado final la media de estos.

3.4. Determinación de propiedades y ensayos realizados

En este apartado vamos a explicar con detalle los trabajos que se han llevado a cabo para determinar algunas propiedades de los aceros objeto de estudio y de los ensayos que se han desarrollado en los laboratorios.

3.4.1. Determinación de propiedades físicas

En este proyecto se han determinado dos propiedades físicas de los materiales, la densidad y la variación dimensional, y a continuación se explica que nos proporciona cada una de estas propiedades y cómo se ha procedido en cada caso.

3.4.1.1. Densidad

La densidad es una de las propiedades físicas más reveladoras de un material, y especialmente en aceros pulvimetalúrgicos, ya que es la propiedad que los diferencia de otros materiales con igual composición pero fabricados por métodos convencionales. Es un indicativo claro de la porosidad del material. Además, esta propiedad tiene gran influencia en las propiedades mecánicas del material.

Se ha determinado la densidad por el principio de Arquímedes. Este método es el que se describe en la norma ISO 2738:1999 (E) [23]. La densidad del material sinterizado según esta norma se calcula a partir de la siguiente expresión:

$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_w}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{laca}}\right)}$$

Ecuación 1

Dónde:

- m_1 = Masa en aire del material sinterizado
- m_2 = Masa en aire del material sellado y seco
- m_3 = Masa del material sellado sumergido en agua
- ρ_w = Densidad del agua (18°C, $\rho = 0.9976 \text{ g/cm}^3$)
- ρ_{laca} = Densidad de la laca (en este caso, $\rho = 1.2 \text{ g/cm}^3$)

El motivo de utilizar la laca es porque se trata de materiales muy porosos y si penetra líquido dentro puede alterar los resultados, de esta manera, la laca sella los poros. Se aplica la misma sobre las piezas y se deja secar 24 horas para después pesarlas y proceder a las medidas oportunas.

Se han determinado para cada uno de los materiales ensayados los valores de densidad relativa a partir de la densidad teórica y la densidad de sinterizado, obtenida de la forma explicada a continuación. [3]

$$\rho_{teórica} = \frac{100}{\sum w_i/\rho_i}$$

Ecuación 3

$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_w}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{taca}}\right)}$$

$$\rho_{relativa}(\%) = \frac{\rho_s}{\rho_{teórica}} \cdot 100$$

Ecuación 2

3.4.1.2. Variación dimensional

Para calcular la variación dimensional de las piezas es necesario conocer la longitud de las probetas en verde y la longitud tras ser sinterizadas. Se va a hacer con las probetas de tracción. La longitud de las probetas en verde (l_0) la sabemos porque son probetas normalizadas y sabemos la longitud de la matriz. La longitud de las probetas una vez sinterizadas (l_s) las hemos medido con un calibre digital con una precisión de 0.01 mm.

Utilizamos la siguiente expresión:

$$v_{dim} = \frac{l_s - l_0}{l_0} \cdot 100$$

Ecuación 4

3.4.2. Ensayos metalográficos

La metalografía estudia las características microestructurales de un metal o de una aleación. Es posible conocer el tamaño de grano, la forma y la distribución de distintas fases que tienen gran efecto sobre las propiedades mecánicas del material. Se podrá predecir su comportamiento mecánico bajo unas condiciones dadas según la microestructura que observemos.

Previo a la observación en el microscopio es preciso preparar las muestras. Para ello han de seguirse unos determinados pasos (corte, embutición, desbaste, pulido y ataque de las muestras.). A continuación se detalla el proceso completo.

3.4.2.1. Preparación de muestras metalográficas

Se han obtenido pequeños fragmentos de material de las probetas de tracción para observarlos en el microscopio. Para asegurarnos que el material no ha sufrido daños en los ensayos se han cortado de los extremos.

Para trabajar con dichas muestras y poder manejarlas cómodamente, se han embebido en una resina, que en este caso ha sido baquelita, lo que nos permitirá obtener imágenes en el microscopio electrónico de barrido. A continuación se ha de lijar la superficie que va a ser observada para eliminar las impurezas de gran tamaño y conseguir una superficie lisa y limpia. El proceso de desbaste ha de ser gradual, desde una lija de grano grueso hasta un pulido fino para dejar la superficie brillante.

El último paso en la preparación de las muestras es el ataque. Este ha de realizarse instantes antes de la observación. El ataque se hizo con disolución de Nital al 1%. Se debe observar al microscopio para verificar que se ha atacado completamente. Si todavía no se ven claramente las microestructuras es necesario repetir el proceso sucesivamente hasta que la microestructura se observe sin impurezas y observemos que la superficie no se ha dañado al realizar el ataque, en cuyo caso habría que volver a desbastar la muestra.

3.4.2.2. Estudio microestructural

Para realizar el estudio de las microestructuras presentes en nuestras muestras se van a observar en el microscopio óptico y en el electrónico de barrido (SEM), por eso se usó resina termoestable para embutirlas.

En primer lugar se observaron en el microscopio electrónico. Este microscopio utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen. Produce imágenes de alta resolución, de forma que las características más ínfimas de la muestra pueden ser examinadas con gran amplificación [24]. Se debe hacer que la muestra sea conductora, lo que se consigue creando un camino de salida para los electrones con un esmalte de carbono y fijando el elemento de sujeción con una cinta adhesiva conductora. Este microscopio necesita de una preparación previa, ya que se ha de cargar con nitrógeno líquido para medir la composición de las muestras.

Se han ido realizando distintas fotografías de las microestructuras que se analizarán en el capítulo de resultados.

Después se han observado las mismas muestras con un microscopio óptico invertido. Se han utilizado diferentes aumentos para sacar fotografías por ordenador que después procesaremos con un software de tratamiento de imágenes.

3.4.3. Ensayos mecánicos

En este proyecto se han llevado a cabo 3 ensayos mecánicos para determinar las propiedades del material y a poder predecir su comportamiento bajo cargas de trabajo. Se han realizado un ensayo de tracción y un ensayo de dureza, que son ensayos que nos dan datos básicos como la resistencia a tracción, el módulo de elasticidad, el límite elástico, o la dureza. Además, como novedad respecto a antiguos estudios de este material, se ha realizado una prueba de impacto: ensayo de Charpy, que dará datos relevantes sobre el comportamiento del material frente a impactos, lo que será de gran ayuda para estudiar uno de sus posibles usos más comunes: la automoción. A continuación se detalla cada uno de los ensayos.

3.4.3.1. Ensayos de Tracción

El ensayo de tracción consiste en someter a una probeta del material que se quiere estudiar a un esfuerzo uniaxial, a lo largo del eje longitudinal, que va aumentando gradualmente hasta que se produce la rotura de la misma. El objetivo del ensayo de tracción es determinar aspectos importantes de la resistencia y el alargamiento de materiales, que pueden servir para el control de calidad, las especificaciones de los materiales y el cálculo de piezas sometidas a esfuerzos.

En nuestro caso se han usado probetas de un tamaño normalizado según la norma E8/E8M – 09 de la ASTM [25]. Pueden verse las dimensiones en la Figura 14. Se han ensayado las probetas en una máquina electrohidráulica marca *Instron* con una célula de carga máxima de 30 kN y con una velocidad de ensayo de 2 mm/min. La máquina está conectada a un ordenador que almacena los datos del ensayo a través de un programa informático que recoge la carga aplicada, registra el alargamiento de la probeta gracias a una galga extensiométrica y realiza las gráficas tensión-deformación.

Para el ensayo se coloca la probeta con la separación entre mordazas que hemos establecido, en este caso 48 mm, que es la longitud de la parte central de la probeta, y se aprietan lo suficiente para que no deslicen, pero no demasiado para no falsear el ensayo. La probeta ha de estar completamente vertical. Para ayudarnos a colocarla hemos utilizado un nivel láser apuntando a la probeta. Una vez colocada, con las cuchillas del extensiómetro colocadas en el centro de la probeta, que es por donde se prevé que va a romper. Antes de proceder al ensayo, introducimos en el programa las dimensiones de la sección de la probeta, indicamos la velocidad de ensayo y pulsamos el botón de comenzar. Los ensayos duraron entre 1 y 3 minutos cada probeta.

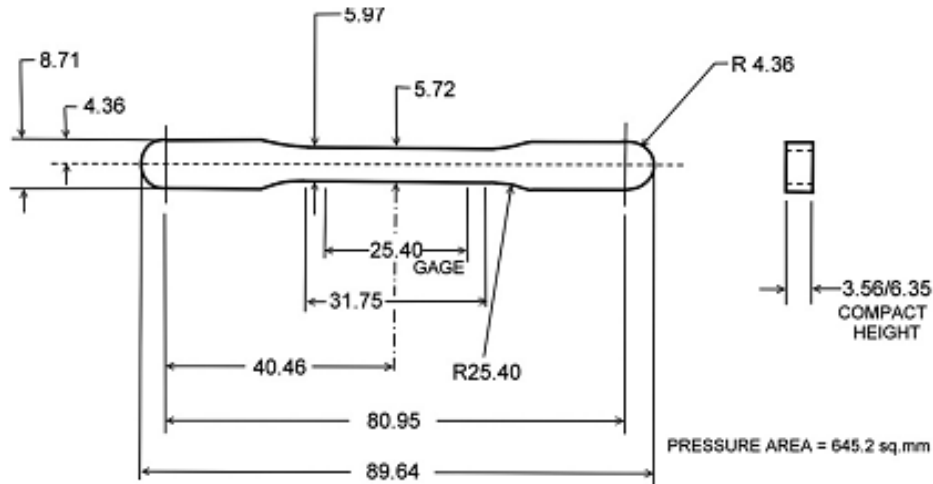


Figura 14: Dimensiones de probeta para ensayos de tracción de productos pulvimetalúrgicos. [26]

Se han ensayado 7 probetas de cada lote de materiales fabricados de forma distinta, es decir, 21 probetas en total. De cada grupo se han obtenido los valores medios de las siguientes propiedades mecánicas:

RESISTENCIA A TRACCIÓN

Es la tensión máxima de tracción que ha soportado la probeta de ensayo. Este valor no hace falta que lo calculemos, pues el programa integrado en la propia máquina de ensayos nos lo da. Sólo debemos buscar el valor máximo. Lo calcula con la siguiente expresión:

$$R_m = \frac{F_m}{S}$$

Ecuación 5

Donde R_m es la resistencia a tracción expresada MPa, F_m es la carga máxima que soporta la probeta en el ensayo expresada en N y S es la sección resistente de la probeta expresada en mm^2 . El dato de la sección lo introducíamos manualmente nosotros antes de ensayar cada probeta.

DEFORMACIÓN

La deformación se define cómo la relación entre el alargamiento y la longitud inicial. Normalmente se mide en porcentaje. Se suelen medir tres tipos de deformaciones: 1) deformación en el límite elástico, 2) deformación a la tensión máxima y 3) deformación a la

rotura. Nosotros en este proyecto vamos a utilizar la deformación a la rotura y la llamaremos ϵ .

En cada ensayo se colocaba en el centro de la probeta un extensiómetro que tenía la propia máquina de ensayo, conectado al sistema de medición, y que por tanto nos proporcionaba directamente el alargamiento y la deformación que se habían producido durante el ensayo. Gracias a dicho artificio nos ahorramos las mediciones posteriores a los ensayos y los correspondientes cálculos.

LÍMITE ELÁSTICO

Es la máxima tensión que el material es capaz de mantener sin desviación de la ley de Hooke, es decir, es una medida de su resistencia a la deformación elástica. Se expresa en fuerza por unidad de área, generalmente MPa. Es un valor intrínseco de cada material.

3.4.3.2. Ensayos de Dureza

El ensayo de dureza se utiliza para conocer la resistencia de un material al rasgado, a la penetración o a la abrasión. Es un ensayo ampliamente utilizado en la industria por su sencillez y bajo coste, pero sus resultados deben interpretarse con precaución, ya que dependen de varias propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción, el límite elástico, la ductilidad, etc. Hay varios tipos de ensayos dependiendo del tipo de carga aplicada y el tipo de penetrador utilizado.

- Ensayo Brinell (HB)
- Ensayo Vickers (HV)
- Ensayo Rockwell (HR)
- Ensayo de dureza superficial: Vickers y Rockwell
- Ensayo de microdureza: Vickers

En este proyecto vamos a realizar ensayo de dureza Vickers 10 (HV10), ya que es el utilizado en los manuales de la empresa Höganäs y será más fácil comparar unos materiales con otros. Sin embargo, para poder comparar resultados, no sólo con los materiales de Höganäs, sino también con los obtenidos en el estudio previo a este proyecto, se han hecho también ensayos de dureza Vickers 30 (HV30), que fue el realizado entonces. Los ensayos se han hecho según la norma UNE-EN ISO 6507-1:2005 [27].

El ensayo consiste en realizar unas huellas con un penetrador de diamante con forma de pirámide de base cuadrada (Figura 15) y medir la longitud de sus diagonales. El equipo de medida utilizado posee un software que calcula directamente el valor de dureza dándole las medidas de las diagonales.

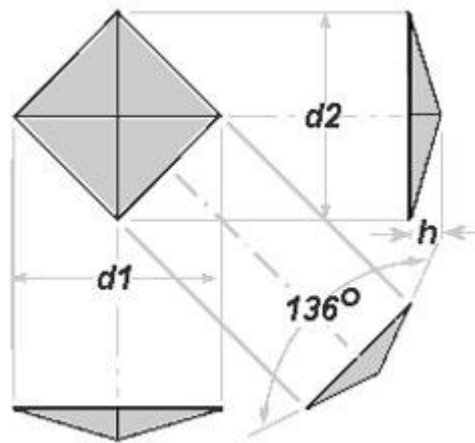


Figura 15: Indentador del ensayo de dureza Vickers [28]

Los ensayos se han hecho sobre las probetas con forma de disco, ya que las de tracción estaban dañadas por los ensayos de tracción. Para realizar el ensayo se coloca la pieza bajo el microscopio, una vez enfocado, pulsamos el botón para comenzar el ensayo y automáticamente se cambia el útil y el penetrador se posiciona en la zona seleccionada, ejerce la fuerza durante 10 segundos y se vuelve a mover a la posición de microscopio para poder observar y medir la huella. Con las dimensiones de las diagonales nos da directamente el valor de dureza del material. Hemos usado una óptica de 70, entre las existentes que eran 44, 70 y 120, ya que se esperan valores de dureza media. Este aumento depende del tamaño de la huella, que es directamente proporcional a la dureza.

Al tratarse de un material poroso, hay que tener cuidado al interpretar los resultados, pues pueden verse afectados si ensayamos en una superficie ya dañada por los poros. Se han realizado 5 medidas en 2 probetas diferentes de cada lote, y se ha hecho la media aritmética, tanto para HV10 como para HV30.

3.4.3.3. Ensayo de Charpy (impacto)

El ensayo Charpy consiste en romper una probeta normalizada (UNE-EN 25754:1999 [29]) apoyada en dos puntos de un solo golpe en el punto medio y determinar la energía necesaria para la rotura. Esta energía de impacto es transmitida por un martillo oscilante que golpea contra la probeta soltándolo desde una determinada altura. Esta energía caracteriza la resistencia al choque de los materiales, aunque hay que tener en cuenta que ésta varía en función de la velocidad de impacto. Para realizar los ensayos se ha seguido la norma de la MPIF Standard 40 (1991) [30].

El péndulo Charpy está constituido por una masa pendular que oscila en un plano vertical y es capaz de desarrollar un trabajo prefijado. El martillo contiene una cuchilla que es la que impacta contra la probeta. En la parte de debajo de la máquina existen unos elementos de sujeción de la probeta a ensayar. La máquina está fuertemente fijada al suelo y es una construcción sólida, con el objeto de evitar vibraciones.

Normalmente las probetas utilizadas para este tipo de ensayo se tienen que marcar con una entalla por la parte posterior a la zona de impacto, para crear un concentrador de tensiones y así forzar la rotura, pero en nuestro caso, al ser un material frágil y poroso, no ha sido necesario hacer dicha entalla para realizar los ensayos con éxito.

La probeta se apoya en dos puntos fijos colocados simétricamente respecto al plano vertical en el que se mueve el péndulo, de forma que al caer este, golpea a la probeta en el punto medio de los apoyos, como puede verse en la Figura 16. [31]

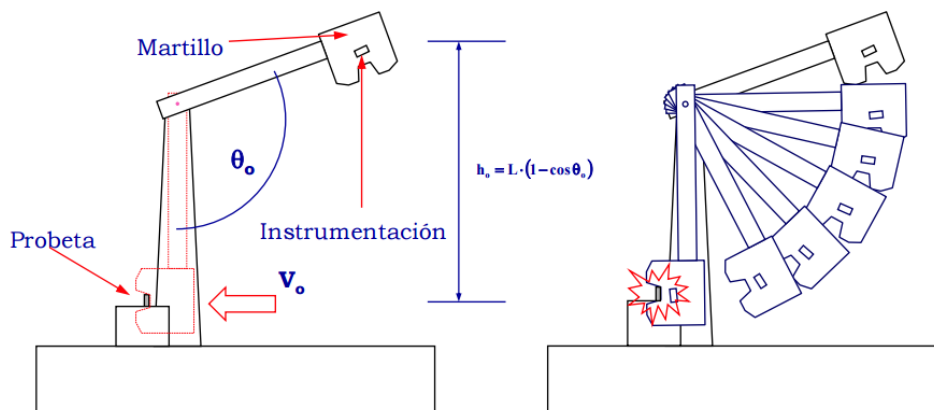


Figura 16: Esquema del ensayo Charpy [31]

RESULTADOS

4

4. RESULTADOS	51
4.1. EVOLUCIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO CON EL TIPO DE SINTERIZACIÓN	51
4.2. EVOLUCIÓN DE LA DENSIDAD	54
4.2.1. VARIACIÓN DIMENSIONAL	55
4.3. ESTUDIO MICROESTRUCTURAL	56
4.3.1. MICROSCOPIA ÓPTICA	57
4.3.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	60
4.4. COMPORTAMIENTO MECÁNICO	62
4.4.1. ENSAYOS DE TRACCIÓN	62
4.4.2. ENSAYOS DE DUREZA	64
4.4.3. ENERGÍA ABSORBIDA EN EL IMPACTO: ENSAYO CHARPY	65
4.5. COMPARACIÓN DE PROPIEDADES CON OTROS ACEROS PM	66

4. Resultados

En el presente proyecto se han realizado diferentes ensayos para determinar las propiedades mecánicas y metalográficas de un material en concreto, con una composición química teórica fija: Fe - 0,5 C – 1,125 Mo – 0,15 P. En el proceso de fabricación se han llevado a cabo variaciones para obtener finalmente 3 tipos distintos de materiales. Concretamente se ha variado la atmósfera de sinterización y la velocidad de enfriamiento. Todas las probetas han sido sinterizadas durante 30 minutos a 1120°C.

Cómo ya se dijo en el capítulo anterior, de cada lote de probetas se han hecho 22 unidades: 10 probetas para tracción, 7 probetas para Charpy y 5 probetas en forma de discos para ensayos de dureza. Por tanto, tenemos 3 lotes de 22 probetas de un mismo material pero cada uno fabricado por una vía diferente. Se detallan a continuación:

LOTE	Denominación	COMPOSICIÓN NOMINAL			Atmósfera de Sinterización	Velocidad de enfriamiento
		%C	%P	%Mo		
1	Endo	0,5	0,15	1,125	Endogás	0,8 °C/s
2	90/10				90/10 - N ₂ /H ₂	0,8 °C/s
3	SH				90/10 - N ₂ /H ₂	4,0 °C/s

Tabla 3: Denominación de cada lote, composición química del material, atmósfera de sinterización y velocidad de enfriamiento de cada lote

4.1. Evolución del porcentaje de carbono con el tipo de sinterización

Para conocer el porcentaje real de carbono que tienen nuestros materiales (carbono combinado) se debe hacer un análisis mediante la combustión de pequeñas muestras, tal y como se explicó en el capítulo 3 del presente proyecto.

Normalmente, los aceros sinterizados suelen sufrir una pérdida de contenido en Carbono en la fase de sinterización, que depende de la atmósfera de sinterización empleada. La Figura 17, muestra el efecto que ha tenido los distintos procesos de sinterización en el contenido de carbono.

Antes de comenzar a analizar nuestras muestras se debe realizar un ensayo *blanco* en el que se analiza sólo 1 g de fundente. Se obtiene una medida de 0,0161% de C que coincide con lo indicado en la etiqueta del producto, por lo que el equipo está bien calibrado. Se han obtenido 3 medidas de cada material y se ha calculado la media de cada uno.

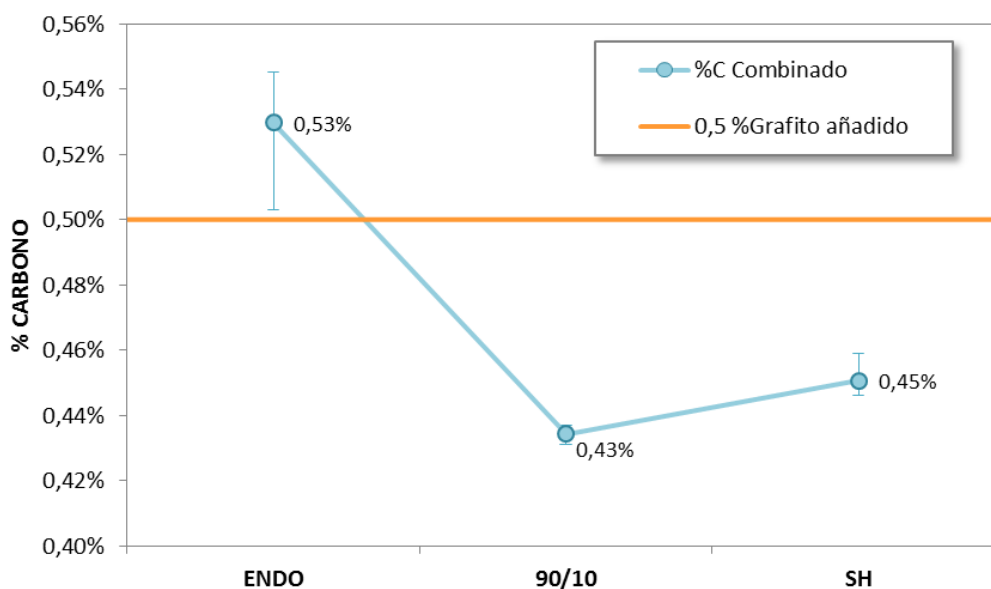
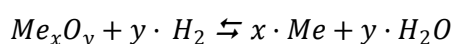


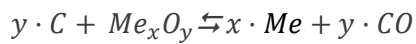
Figura 17: Comparativa del porcentaje de Carbono de los aceros estudiados con respecto al porcentaje de grafito añadido

Como podemos observar en la gráfica (Figura 17), no se ha producido pérdida de carbono en el material sinterizado en atmósfera de Endogás. Todos los valores obtenidos en la medida del porcentaje de ese material fueron superiores al 0,5% teórico. La atmósfera de Endogás consigue que la pérdida sea nula por la combinación de dos acciones: la capacidad reductora del hidrógeno, aunque está presente en menor cantidad, y el monóxido de carbono; por el potencial de carbono aportado por este último. La reducción de los óxidos metálicos por reacción con el hidrógeno ocurre según la Ecuación 6. La viabilidad de la reacción depende de la temperatura de sinterización y de las presiones parciales de H_2 y H_2O .

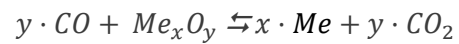


Ecuación 6

Por otro lado, en presencia de carbono, la reducción se denomina *reducción carbotérmica* y puede suceder directamente con carbono o con monóxido de carbono, según sea *reacción carbotérmica directa* (Ecuación 7) o *inversa* (Ecuación 8), respectivamente.

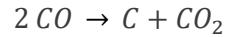


Ecuación 7



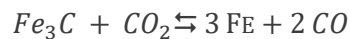
Ecuación 8

Además hay que considerar que el CO puede reaccionar a su vez con el C añadido en la muestra. Para altas concentraciones de CO y bajas T incluso se puede generar hollín en las muestras. Se produce la siguiente reacción:



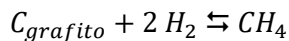
Ecuación 9

Además, dependiendo del ratio de CO₂/CO de la T se puede producir una descarburización o carburización según la ecuación:

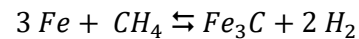


Ecuación 10

Sin embargo, los dos materiales sinterizados en atmósfera de nitrógeno-hidrógeno tienen un porcentaje por debajo de 0,5%, por lo tanto han sufrido pérdida de carbono durante la sinterización. El hidrógeno de la atmósfera puede descarburar las muestras al reaccionar y dar metano. Cuando los compactos de polvos de hierro con grafito se sinterizan en una atmósfera que contiene H₂, tienen lugar las dos siguientes reacciones:



Ecuación 11



Ecuación 12

El equilibrio de estas reacciones es función de la temperatura y el contenido en CH₄.

Esta atmósfera consigue que el oxígeno presente en la superficie de los polvos como óxido, reaccione con el hidrógeno principalmente, y se produce su reducción. La reacción principal de reducción se produce por la Ecuación 6 indicada anteriormente.

La ligera pérdida de carbono puede indicar también que en la etapa final de la sinterización, cuando la temperatura es próxima a la temperatura máxima, se han reducido los óxidos internos. [12]

4.2. Evolución de la densidad

Según los datos aportados por el fabricante, la densidad en verde y la densidad tras el sinterizado de las probetas de los 2 primeros lotes (*Endo* y *90/10*) fueron, respectivamente, $7,22 \text{ g/cm}^3$ y $7,26 \text{ g/cm}^3$. En el caso de la densidad sinterizada del lote *SH* el dato era de $7,18 \text{ g/cm}^3$, por lo que la densidad en verde debió ser algo inferior. Estas medidas fueron calculadas por pesada y medida sobre probetas de impacto.

Para contrastar estos valores se han hecho las medidas de densidad descritas en el apartado 3.4.1.1 de este proyecto.

Se presentan a continuación en la Figura 18 los valores de densidad obtenidos por medio del principio de Arquímedes y los de la densidad relativa de cada material.

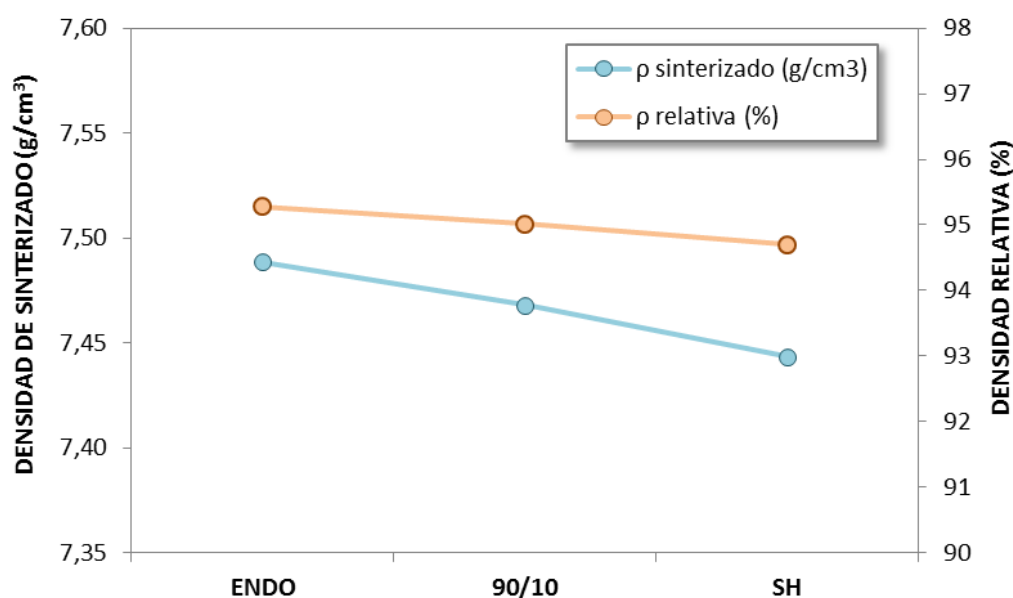


Figura 18: Densidad de los materiales sinterizados medidas por el principio de Arquímedes y densidad relativa de cada material

Los valores de densidad son ligeramente mayores que los que nos dio el fabricante. Como sólo se ha hecho una medida, es posible que existiera algo de variación, pero los resultados son acordes a la teoría, ya que como podemos ver en la Figura 18, la densidad del material sometido a “sinterhardening” es menor que las otras 2.

Partiendo de un valor de densidad teórica de $7,86 \text{ g/cm}^3$. Con los cálculos de densidad relativa que se explicaron en el capítulo 3 hemos obtenido los valores mostrados en la Figura 18. Estos valores se sitúan entre el 94 y el 96 % de la densidad teórica gracias al uso de la

compactación en caliente, y como es lógico, siguen la misma tendencia que la densidad de sinterizado por su relación directa.

4.2.1. Variación dimensional

Tal y como se describe en el apartado 3.4.1.2. del presente proyecto, se ha calculado la variación dimensional de las probetas destinadas a los ensayos de tracción (Figura 19).

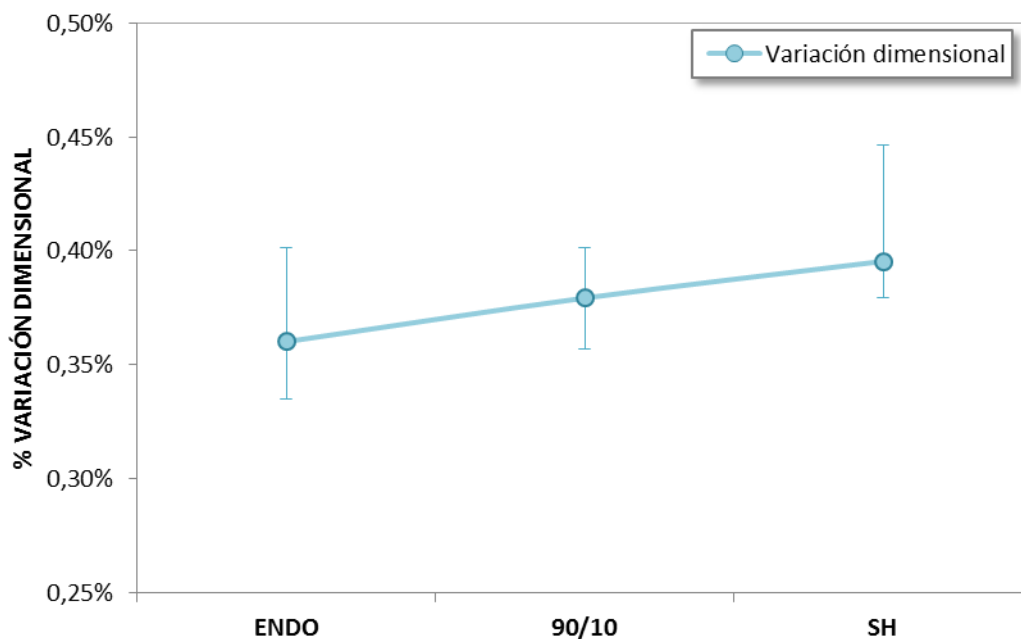


Figura 19: Comparativa de la variación dimensional de los aceros estudiados.

Las variaciones dimensionales que observamos en los materiales son altas en todos ellos. Esta variación se debe principalmente al efecto producido por la fase líquida originada por el fósforo en la sinterización. Sin embargo, no es el único causante de dicha variación en los lotes sinterizados en la atmósfera de Nitrógeno - Hidrógeno. [32]

Como se puede observar en la Figura 19, la variación dimensional es mayor en los lotes sinterizados en atmósfera 90 N₂ - 10 H₂. Este hecho se debe a que esta atmósfera favorece la interdifusión del Mo y a su vez, esto hace que la templabilidad del material aumente, por tanto es más propenso a formar microestructuras bainíticas y martensíticas. Esto se ve intensificado en el lote SH por el enfriamiento rápido y además las probetas de este lote tienen un contenido en carbono ligeramente superior al que tienen las probetas procesadas en el lote 90/10, lo que colabora a proporcionar una mayor cantidad de Martensita. En nuestro caso, al

no haber realizado un revenido ni ningún otro tratamiento térmico parecido, la expansión producida no se ve compensada. La formación de esta microestructura lleva asociado un aumento de volumen que se refleja en la variación dimensional, por lo que estos efectos juegan un papel trascendental en las dimensiones finales de los componentes. [33, 34]

4.3. Estudio microestructural

Para poder explicar su comportamiento mecánico y sus propiedades se debe estudiar y conocer su microestructura en profundidad. Se debe conocer el proceso de formación para deducir que estructuras aparecerán.

El polvo Astaloy Mo se trata de un polvo pre aleado, mientras que el PASC60 consiste en una partícula de Fe con pequeñas partículas de Fe_3P adheridas. El C se añade en pequeñas partículas de grafito. Por tanto obtendremos tras la mezcla de los polvos y la compactación una estructura similar a la que observamos en la Figura 20. Corresponde a una posible zona de material donde una partícula de Fe - Fe_3P se encuentra rodeada de partículas de Fe - Mo pre aleado y en los intersticios que quedan entre los bordes de grano se sitúan las partículas de grafito. Corresponde al material “en verde”, donde sólo se ha producido la unión física entre partículas.

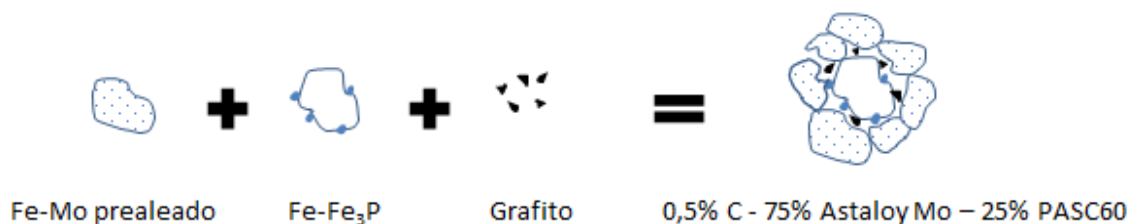


Figura 20: Resultado de la mezcla y la compactación de los polvos usados para fabricar el material

Durante la sinterización, tendrán lugar las sucesivas transformaciones que sufre el material. En primer lugar, durante el calentamiento, a una temperatura de unos $720^{\circ}C$ - $750^{\circ}C$ se produce la difusión del carbono en la matriz de hierro y, dependiendo de la composición, a mayores temperaturas se produce la austenización del hierro (transición α - γ). Pasados unos minutos, cuando se alcanza la temperatura de $1050^{\circ}C$ se produce la fusión de las partículas de ferrofósforo formándose una fase líquida transitoria que se distribuye a lo largo de los intersticios libre entre los granos de polvo, produciendo porosidad secundaria donde se encontraban las partículas de Fe_3P .

Una vez que se llega a la temperatura de sinterización (1120°C), la cual permanecerá estable durante 30 min, y dependiendo de la atmósfera empleada en la sinterización, se produce la difusión de elementos de aleación entre las intercaras de las partículas primitivas de Astaloy Mo y PASC60. De esta forma, serán dichas intercaras las zonas en las que se tenga una templabilidad intermedia.

Durante el enfriamiento, las zonas ricas en Mo se transformarán en bainita o martensita dependiendo del contenido de C y de la velocidad de enfriamiento. Las zonas con algo de Mo y P que se generan por interdifusión, proporcionarán un contorno de Perlita fina o Bainita superior, dependiendo de nuevo del contenido en C y la velocidad de enfriamiento, y las partículas originales de PASC60 evolucionarán a una microestructura de ferrita y perlita.

Se juntan por tanto en esta etapa 2 hechos muy relevantes:

1. La formación de fase líquida transitoria por la fusión de las partículas de ferrofósforo.
2. La estabilización de la ferrita a alta temperatura en las zonas ricas en P (la autodifusión del hierro en ferrita es mayor a la autodifusión de este en austenita).

Sabiendo esto se pueden estudiar mejor las imágenes sacadas en el microscopio para definir las microestructuras obtenidas.

4.3.1. Microscopía óptica

Se muestran a continuación, en la Figura 21, las micrografías obtenidas en el microscopio óptico de cada uno de los tres lotes fabricados combinando las dos atmósferas diferentes (Endogás y 90N₂/10H₂) y con dos velocidades de enfriamiento diferentes (0,8°C/s y 4°C/s):

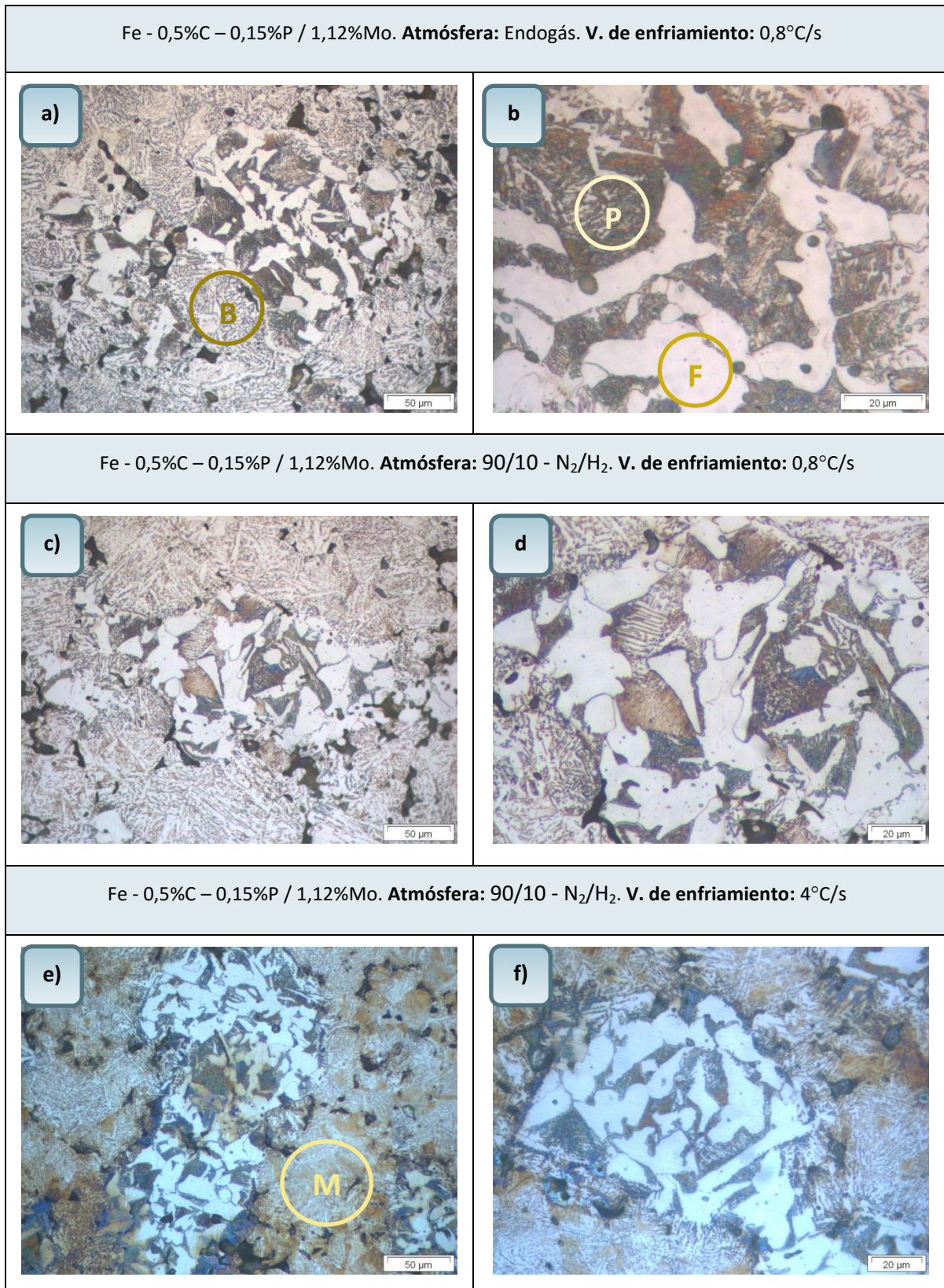


Figura 21: Micrografías de aceros de composición Fe - 0,5%C - 0,15%P / 1,12%Mo sinterizados a 1120 °C. a) y b) sinterizados en Endogás y enfriados a 0,8 °C/s; c) y d) sinterizados en 90/10 - N₂/H₂ y enfriados a 0,8 °C/s; e) y f) sinterizados en 90/10 - N₂/H₂ y enfriados a 4 °C/s.

En las dos primeras imágenes de la Figura 21 [a) y b)] vemos el material sinterizado en Endogás y enfriado lentamente. En la imagen de la izquierda podemos apreciar claramente que existen zonas de ferrita y perlita, siendo esta muy abundante, rodeadas de zonas bainíticas. Las zonas de ferrita más perlita son zonas ricas en fósforo, con un poco de Mo; mientras que la zona de bainita se corresponde con los granos del material pre aleado con Mo [26].

Esto es favorable puesto que mejora las propiedades mecánicas sin haber realizado tratamientos de temple [18]. Entre ambas zonas diferenciadas se observan pequeños poros de porosidad secundaria, correspondientes a las partículas de P que se han fundido y se han expandido por el material. En la imagen de la derecha se ven con detalle las láminas formadas en la perlita.

En las siguientes imágenes de la Figura 21 [c) y d)] vemos las micrografías del material sinterizado en atmósfera de Nitrógeno-Hidrógeno y enfriado lentamente. Se aprecia en la imagen c) lo mismo que en el caso anterior, una zona formada por ferrita y perlita rodeada de bainita. En este material se ha observado que la ferrita es más abundante, esto puede ser debido al menor contenido en C que tienen estos aceros. Se observa también menos porosidad, aunque no es concluyente pues depende de la zona seleccionada.

Por último, en las dos últimas imágenes de la Figura 21 [e) y f)] se muestran las micrografías del material sinterizado en atmósfera N_2-H_2 y sometido a un “sinterhardening” al finalizar la sinterización.

En este caso las zonas que se corresponden con el emplazamiento original de las partículas de Astaloy Mo evolucionan fundamentalmente a Martensita, la intercara entre las dos partículas es bainítica y el interior de los granos de PASC60 mantiene la microestructura ferrítico-perlítica.

4.3.2. Microscopía Electrónica de Barrido

A continuación, en la Figura 22, se muestran las micrografías realizadas con el microscopio electrónico de barrido (SEM):

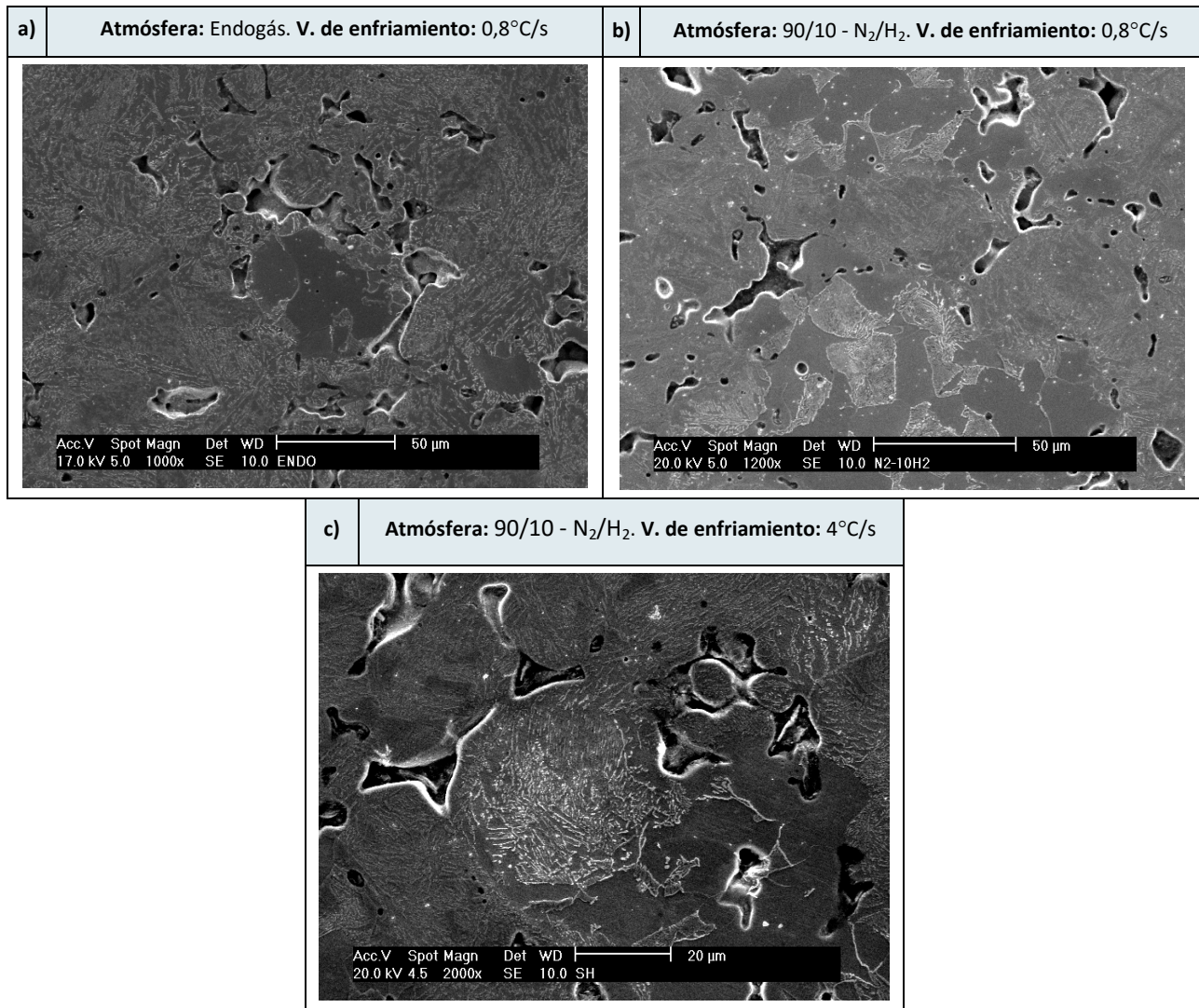


Figura 22: Micrografías de aceros de composición Fe - 0,5%C - 0,15%P / 1,12%Mo sinterizados a 1120 °C. a) sinterizado en Endogás y enfriado a 0,8 °C/s; b) sinterizado en 90/10 - N₂/H₂ y enfriado a 0,8 °C/s; c) sinterizado en 90/10 - N₂/H₂ y enfriado a 4 °C/s.

En la imagen a) de la Figura 22 se observa una micrografía del material sinterizado en Endogás y con un enfriamiento lento captada con el microscopio electrónico de barrido. Se ve claramente la ferrita sobre la matriz de bainita. Se observan pequeñas zonas de perlita que se reconocen por las orientaciones de los carburos creados en los bordes de la ferrita. Se puede apreciar en la siguiente imagen con mayor aumento (Figura 23) la intercara entre dichas

pequeñas zonas de perlita y las zonas bainíticas, apreciándose claramente la diferencia entre los carburos de una y otra estructura.

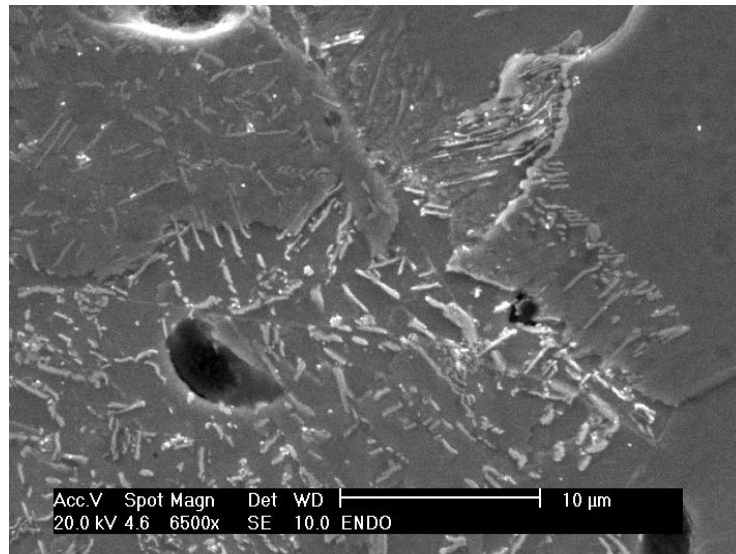


Figura 23: Detalle de la intercara entre la Bainita y la Ferrita-Perlita

En la imagen b) de la Figura 22 una micrografía del material sinterizado en atmósfera N_2-H_2 y enfriada en el horno muestra una zona general del material, donde se ve que se repite la estructura de ferrita y perlita rodeadas de bainita. En este caso parece que la perlita es más abundante, debido a la difusión del Mo, como ya se dijo en el apartado anterior. Se puede apreciar en la siguiente imagen un detalle de dicha perlita. Con este microscopio se puede analizar el contenido de aleantes del material, aunque el análisis no es muy preciso puede ayudarnos a realizar algún estudio. En este caso, hemos comprobado que en la zona de bainita no existe nada de P, que es lo que esperábamos, puesto que se trata del interior de los granos de Astaloy Mo.

Por último, en la imagen c) de la Figura 22 tenemos una micrografía del material sometido al "sinterhardening". Lo que vemos es un grano de PASC60 con mucha perlita, donde se ve claramente la frontera entre la perlita y la bainita. Esta bainita que rodea al grano se debe a la elevada velocidad de enfriamiento, como se comentó en el apartado anterior.

En la Tabla 4: Comparativa de las perlitas formadas en el material sinterizado en atmósfera de N_2/H_2 . a) Enfriado a $0,8^\circ C/s$; b) Enfriado a $4^\circ C/s$ se comparan las perlitas creadas en los dos materiales sinterizados en atmósfera N_2/H_2 .

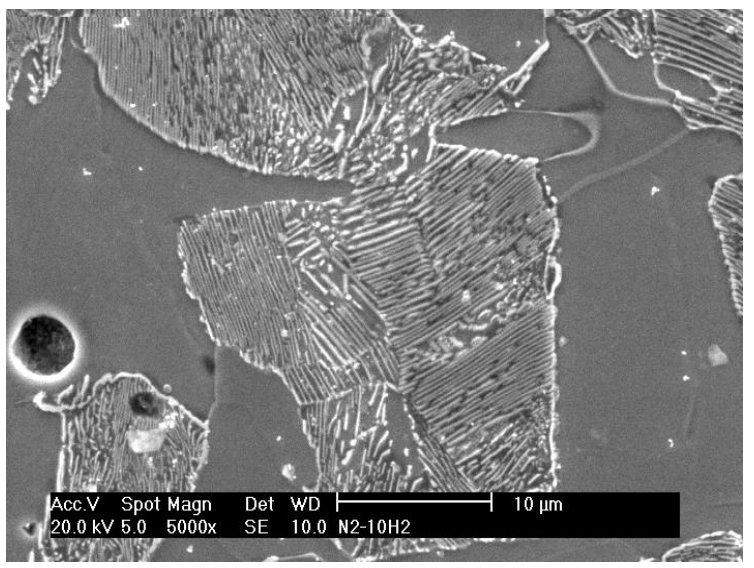
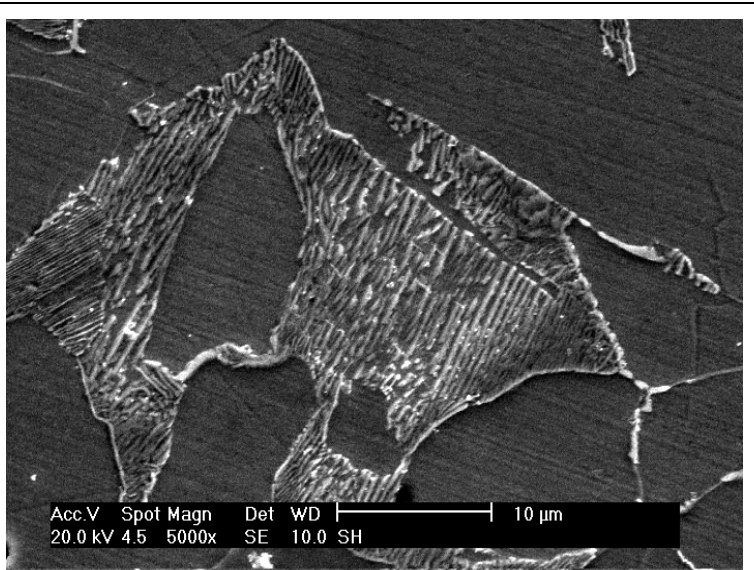
a) Perlita del material enfriado a 0,8°C/s	
<p>Se observa que hay diferente orientación de las láminas de perlita, y que en algunas zonas, sobre todo cerca de los bordes de grano, éstas están más juntas que en otras.</p>	
b) Perlita del material enfriado a 4°C/s	
<p>La perlita formada en estas probetas, por lo general, es más abundante y tiene las láminas más juntas que en las de enfriamiento lento.</p>	

Tabla 4: Comparativa de las perlitas formadas en el material sinterizado en atmósfera de N_2/H_2 . a) Enfriado a 0,8°C/s; b) Enfriado a 4°C/s.

4.4. Comportamiento mecánico

4.4.1. Ensayos de Tracción

El procedimiento de ensayo se realiza tal y como se indica en el apartado 3.4.3.1 de este proyecto. Con los ensayos de tracción pueden determinarse varias propiedades mecánicas de los materiales, nos vamos a centrar solamente en tres de ellas: Resistencia a tracción, límite elástico y el alargamiento a rotura.

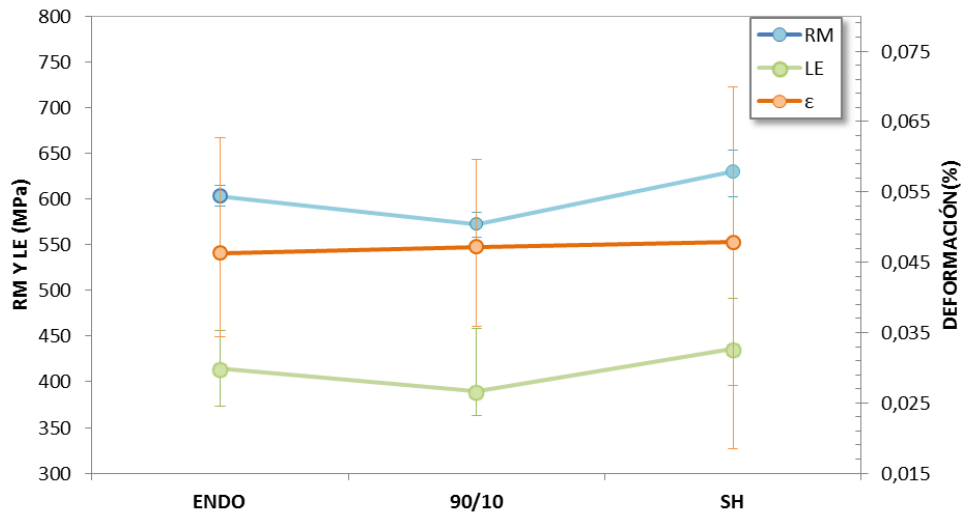


Figura 24. Propiedades de los materiales ensayados a tracción. RM: resistencia a tracción, LE: límite elástico, ε : deformación porcentual.

Como podemos ver en la Figura 24, los valores dependen de la velocidad de enfriamiento y del contenido de carbono. Así, los más altos de resistencia a la tracción los hemos obtenido para el material sinterizado en atmósfera de N_2-H_2 y endurecido con un enfriamiento rápido. A continuación el material sinterizado en atmósfera de Endogás, con valores rondando los 600 MPa. Y por último, el material sinterizado en atmósfera de Nitrógeno pero sin endurecer.

Se han obtenido valores muy elevados de resistencia para el material tratado con “sinterhardening”, lo que corrobora que este tratamiento térmico de temple mejoraría las propiedades mecánicas del material, haciéndolo útil para elementos estructurales. [35]

La elevada resistencia del material sinterizado en atmósfera de Endogás en comparación con el sinterizado en N_2-H_2 se debe en parte a que este material se ha carburado ligeramente. Sin embargo, los resultados para el material sinterizado en atmósfera de N_2-H_2 no son negativos, ya que los valores se aproximan a los obtenidos en estudios previos [3] con materiales con mayor contenido en carbono.

Podemos apreciar en la Figura 24, que según los datos de la tabla, los valores del límite elástico siguen la misma tendencia que los obtenidos para la resistencia a la tracción. El valor más elevado lo obtenemos para el material endurecido tras la sinterización, con valores pico que se aproximan a los 500 MPa. El menor lo obtenemos para el sinterizado en atmósfera de N_2-H_2 con una media de 390 MPa. Por último, entre medias de los dos valores, con un promedio de unos 415 MPa se encuentra el material sinterizado en atmósfera de Endogás.

El resultado que resulta más sorprendente es el del alargamiento. El valor mayor lo hemos obtenido para el lote *SH* y el menor para el lote *Endo*. La diferencia es pequeña, y todos los resultados son muy favorables, ya que hemos obtenido alargamientos por encima del 4,5%, lo que resulta un material muy dúctil en comparación con otros materiales con las mismas propiedades mecánicas. La deformación es algo mayor en los dos materiales sinterizados en atmósfera de Nitrógeno-Hidrógeno al tener el menor contenido en carbono.

Se puede observar que en el caso del material sometido a “sinterhardening” hay una gran variabilidad en los resultados, sin embargo, si no tenemos en cuenta los dos valores extremos, la media apenas varía. Puede deberse a que las cuchillas del extensiómetro no estuvieran bien colocadas o deslizaran a la hora de hacer el ensayo.

4.4.2. Ensayos de Dureza

En la Figura 25 observamos una gráfica con los resultados medios de este ensayo. Las medidas en la escala HV10 son ligeramente superiores a las escala HV30 debido a la menor interacción con la porosidad del sistema.

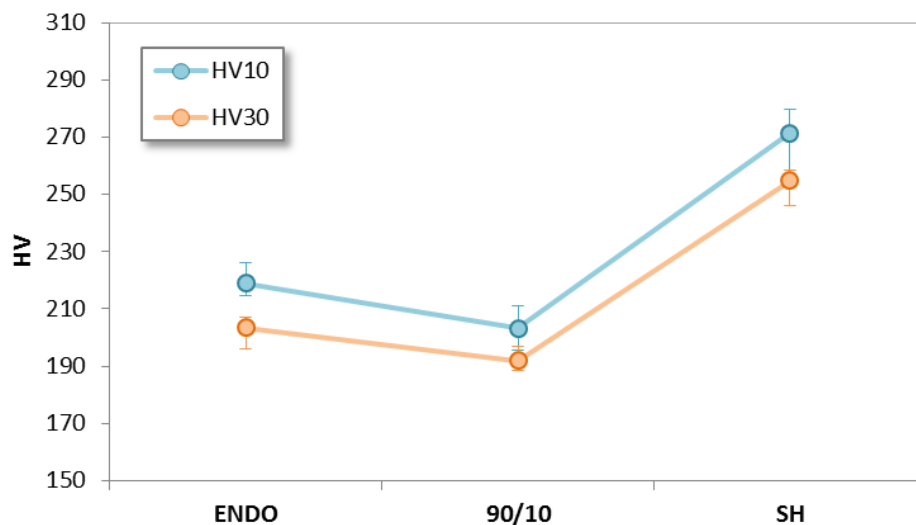


Figura 25: Comparativo de la dureza HV10-HV30 de los aceros estudiados

Observamos que la dureza tiene valores por encima de 200 HV10, obteniendo los resultados más altos para el material sometido a “sinterhardening”. Es lógico puesto que observamos en el estudio de las microestructuras que en este material se han formado amplias

zonas bainíticas con una densidad de carburos mucho más alta que en las otras probetas. También la cantidad de perlita es mayor y las láminas están más juntas.

Comparando los materiales enfriados en el horno, a pesar de que se concluyó en el estudio metalográfico que la perlita era más abundante en las probetas sinterizadas en 90 N₂/10 H₂, los resultados de la dureza en dicho material han sido ligeramente menores.

Acorde con la densidad de los materiales, la dureza en el material sinterizado en Endogás es ligeramente mayor, puesto que la densidad lo era. Sin embargo, a pesar de que el material sometido a “sinterhardening” era el que menor densidad presentaba, es sin duda el que mayor dureza tiene. Esto se debe al tipo de microestructura, puesto que aunque esta no afecta a la densidad, sí que lo hace a la dureza, ya que la superficie se endurece por el enfriamiento rápido de las probetas.

4.4.3. Energía absorbida en el impacto: Ensayo Charpy

Se muestran en la siguiente gráfica los resultados obtenidos en el ensayo de impacto realizado según se describió en el capítulo de procedimiento experimental.

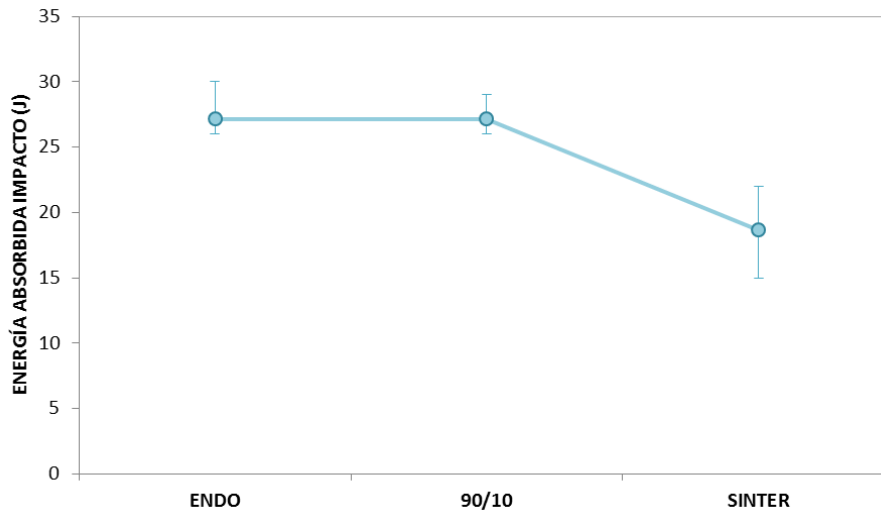


Figura 26. Energía absorbida en el impacto en los distintos aceros estudiados

En base a los resultados observados en la

Figura 26 las muestras sinterizadas en atmósfera de Endogás y en atmósfera de N₂-H₂ sin ningún tipo de tratamiento presentan valores muy similares de resistencia al impacto, ambos con un valor medio de 27 J. Sin embargo, el material sometido al tratamiento de

endurecimiento “sinterhardening” tiene una resistencia mucho menor, con un valor de 19 J. Este hecho se debe a la formación de microestructuras más duras, como la bainita y la martensita, que aportan fragilidad al material.

4.5. Comparación de propiedades con otros aceros PM

Para culminar el estudio de los materiales fabricados en este proyecto, vamos a realizar una comparación de las propiedades mecánicas con algunos aceros comerciales de composición y procesado similares, obteniendo los datos del manual técnico de la empresa Höganäs. Se comparará la relación entre la resistencia o la dureza frente a la cantidad de elementos de aleación, así como la resistencia frente al alargamiento producido, ya que los resultados son muy relevantes.

Seguidamente se muestran las gráficas comparativas y se comentan los resultados observados. En la Figura 27 se representa la resistencia a la tracción frente al alargamiento producido al realizar dicho ensayo de rotura. La tendencia del resto de aceros es la de disminuir la capacidad de deformación cuando poseen elevada resistencia, sin embargo, nuestro material, representado en la figura por los puntos amarillos, se sale de dicha predisposición. Se trata de un material con una buena combinación de resistencia y ductilidad, por combinación de los aleantes y las atmósferas de sinterización.

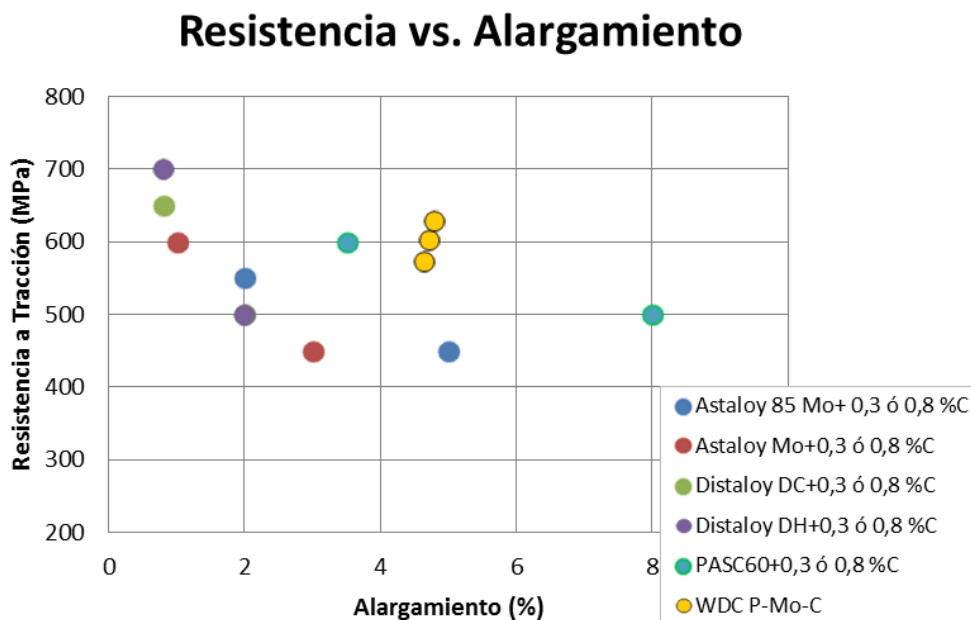


Figura 27: Comparativa de la Resistencia frente al Alargamiento con otras familias de aceros de baja aleación sinterizados. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio

En la Figura 28 y en la Figura 29 podemos observar también que nuestro material supera al resto de materiales comerciales similares en cuanto a dureza y resistencia cuando los comparamos según su contenido en aleantes. En ambas gráficas se observa que para aumentar estas propiedades se tiende a añadir mayor cantidad de elementos de aleación, lo que encarece su fabricación o su obtención.

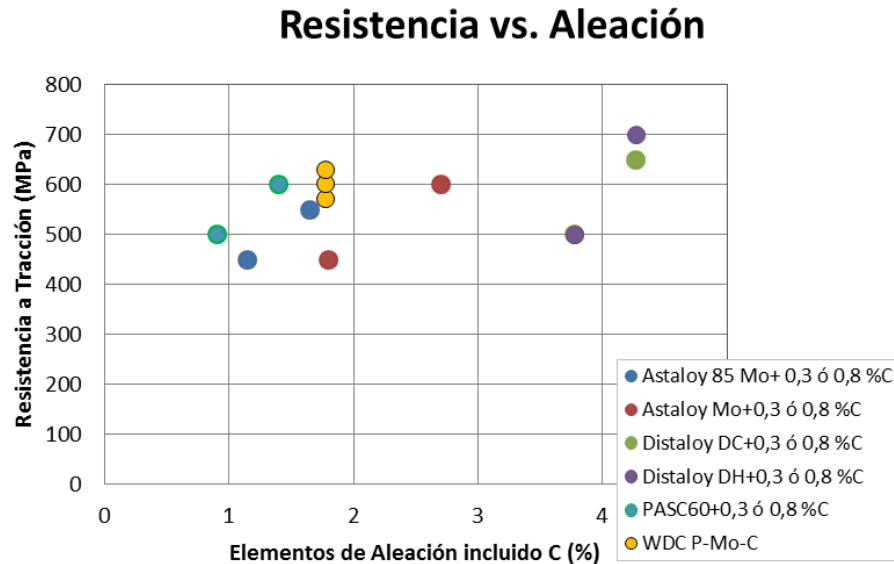


Figura 28: Comparativa de la Resistencia frente a la cantidad de elementos de aleación con otras familias de aceros de baja aleación sinterizados. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio

En el caso de la resistencia (Figura 28) se obtienen los valores más elevados comparados con el resto de materiales con la misma cantidad de aleantes (menos de 2% incluyendo el contenido en carbono). El más resistente de los que hemos obtenido en este proyecto, que es el sometido al “sinterhardening” sólo se ve superado por los Distaloy DC y DH con un contenido de carbono del 0,8%, materiales con un contenido total de aleantes superior al 4%.

En cuanto a la dureza (Figura 29), los valores de nuestro material (representado en amarillo) son más altos que el resto de materiales excepto uno que se encuentra entre los que poseen más de un 4%, siendo nuestro material con “sinterhardening” el que obtiene un valor por encima de todos los demás.

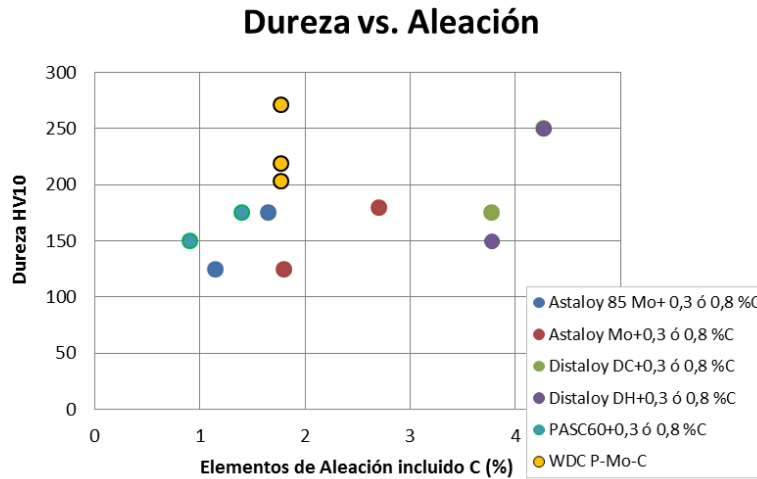


Figura 29: Comparativa de la Dureza frente a la cantidad de elementos de aleación con otras familias de aceros de baja aleación sinterizados. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio

A continuación vamos a comparar los aceros estudiados en este proyecto con los estudiados en el anterior proyecto [2], que tienen la misma composición, excepto por el contenido de carbono, que se añadió en un caso 0,3% y en otro 0,8%, y que fueron compactados a temperatura ambiente en prensa de doble efecto y sinterizados en hornos industriales.

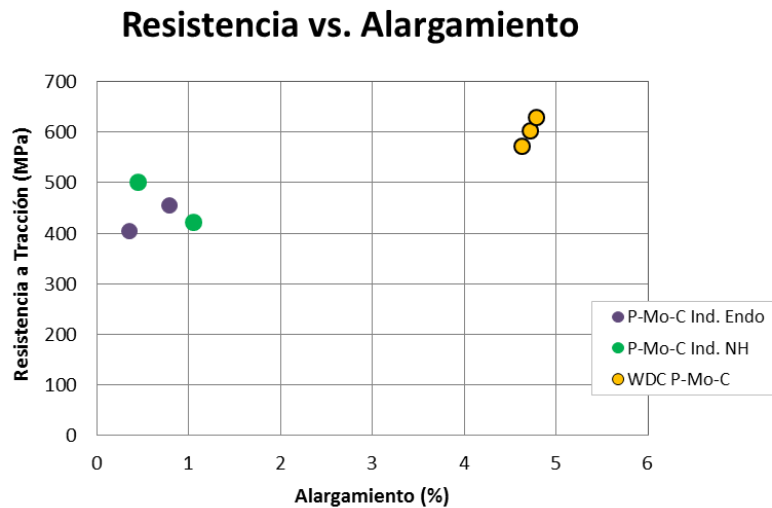


Figura 30: Comparativa de la Resistencia frente al Alargamiento con los aceros de composición similar sinterizados en horno industrial fabricados en un proyecto previo. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio

Si comparamos la resistencia frente al alargamiento (Figura 30) observamos lo que venimos diciendo a lo largo del manuscrito, y es que para esta composición y estas condiciones de fabricación se han obtenido unos resultados de alargamiento excepcionales, por encima del 4,5%, mientras que los materiales del estudio anterior no alcanzaron apenas el 1%.

En las gráficas siguientes (Figura 31 y Figura 32) comparamos igual que anteriormente, la resistencia y la dureza frente al contenido total de aleantes incluyendo el carbono. Para la resistencia se han obtenido valores superiores. En el caso de la dureza, se realizó el ensayo de dureza Vickers 30 para poder comparar los resultados, ya que fue la que se hizo en el proyecto anterior. Los valores obtenidos son comparables a los anteriores, excepto para el material con 0,8% de carbono, que obtuvo valores superiores debido a la composición.

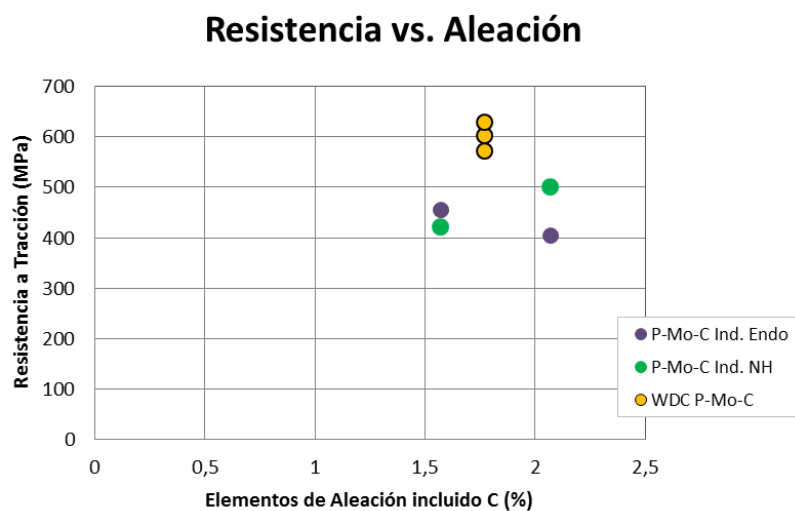


Figura 31: Comparativa de la Resistencia frente a la cantidad de elementos de aleación con los aceros de composición similar sinterizados en horno industrial fabricados en un proyecto previo. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio

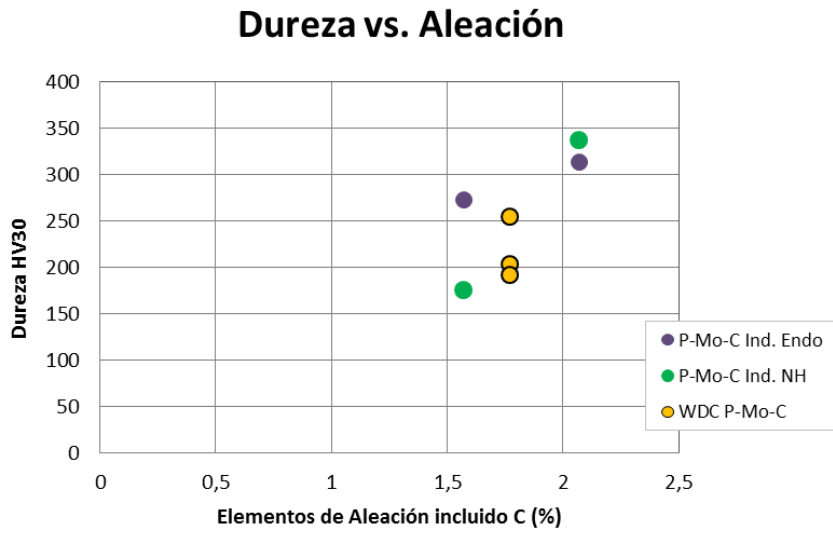


Figura 32: Comparativa de la Dureza frente a la cantidad de elementos de aleación con los aceros de composición similar sinterizados en horno industrial fabricados en un proyecto previo. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio

CONCLUSIONES
GENERALES

5

5. Conclusiones generales

Este proyecto ha conseguido establecer una ruta de procesado competitiva para aceros con bajos contenidos en elementos de aleación, manteniendo un equilibrio óptimo entre capacidad de resistencia y ductilidad.

Con los resultados obtenidos y su discusión podemos sacar algunas conclusiones que nos ayudarán a definir completamente la fabricación de estos aceros duales de bajo contenido en aleantes.

- ✓ La elevada ductilidad que tienen los aceros procesados se debe fundamentalmente a la combinación de la técnica de compactación en matriz precalentada y a la incorporación del polvo PASC60 como fuente de P. Las islas ferrítico-perlíticas que proporciona este tipo de polvo mejoran la ductilidad final del acero.
- ✓ Los aceros estudiados se han fabricado en las mismas instalaciones donde se fabrican los aceros comerciales con los que se han comparado, por lo que las condiciones de fabricación eran óptimas. Se han compactado en una prensa de alta temperatura, después se han sinterizado durante 30 minutos a 1120°C en dos atmósferas diferentes: Endogás y N₂-H₂. Se observan diferencias en las propiedades y en las microestructuras según el tipo de atmósferas, siendo las propiedades mecánicas algo mejores en la atmósfera de Endogás en tanto que es el acero que tiene el mayor contenido de carbono.
- ✓ Se hicieron el doble de piezas en atmósfera de nitrógeno y a la mitad de ellas se les realizó un tratamiento de endurecimiento denominado "sinterhardening". Estas piezas han sido las que han mostrado mejor comportamiento mecánico.
- ✓ En todos los materiales fabricados se ha conseguido una microestructura compleja de bainita, perlita y ferrita. Además, en el material sometido a "sinterhardening", debido al enfriamiento rápido, se forma martensita y en general, las fases tienen un tamaño de grano más fino.
- ✓ El material que mejor comportamiento presenta en este proyecto es el sinterizado en atmósfera N₂-H₂ y sometido a "sinterhardening", ya que tiene alta resistencia y dureza, y además mantiene una cierta ductilidad. Solamente la resistencia al impacto es inferior, ya que las estructuras formadas son algo más frágiles que en los otros materiales. Además, este material supera a la mayoría de aceros comerciales con los que se ha comparado.

Por tanto, podemos concluir que se ha hallado la composición y la ruta de procesado óptima para la fabricación de este tipo de aceros con una cantidad de aleantes muy baja y que son capaces de competir con el resto de aceros que actualmente se utilizan.

6. Anexos

6.1. Anexo I: propiedades de los polvos utilizados para la fabricación de las probetas

ASTALOY MO

A continuación, en las siguientes figuras, obtenidas de los manuales de la empresa fabricante Högånäs, se puede observar la variación de las distintas propiedades de este polvo en función de la temperatura de sinterización y de la atmósfera empleada en dicho proceso.

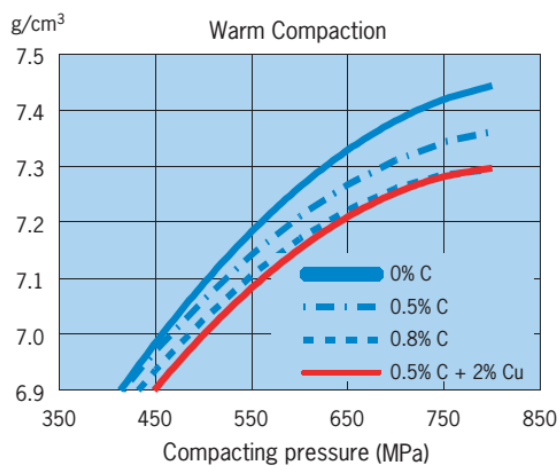
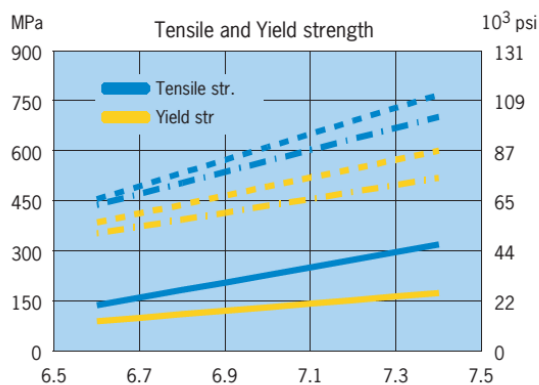
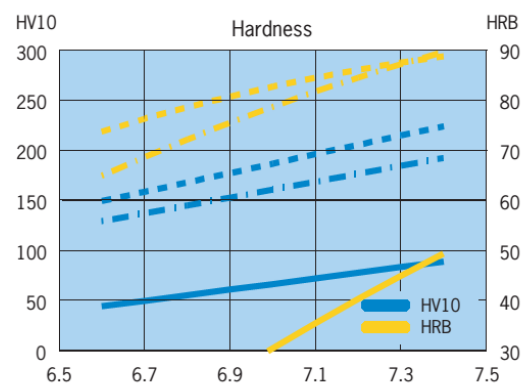


Figura 33: Densidad del material sinterizado en función de la presión de compactación en una compactación en caliente. Las condiciones de fabricación en las que se han obtenido estas propiedades son una temperatura de sinterización de 1120 °C y un tiempo de 30 minutos en atmósfera 90/10 N₂-H₂. [20]

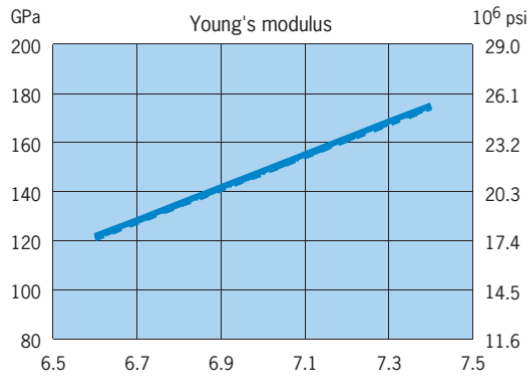
a)



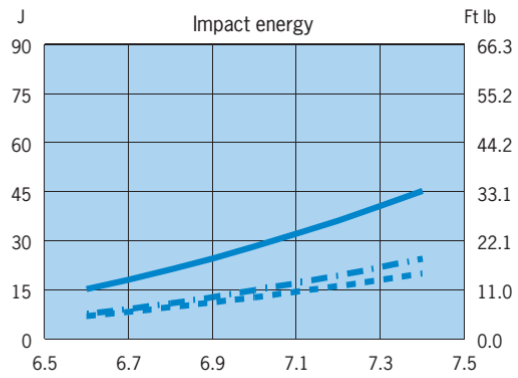
b)



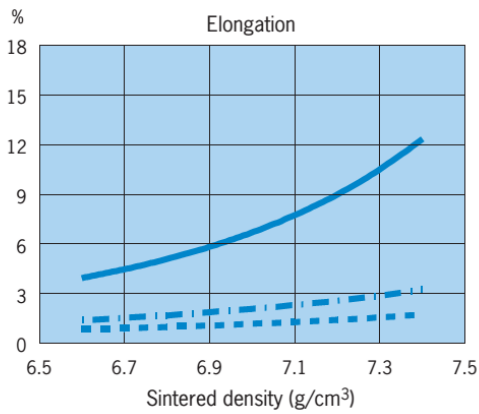
c)



d)



e)



f)

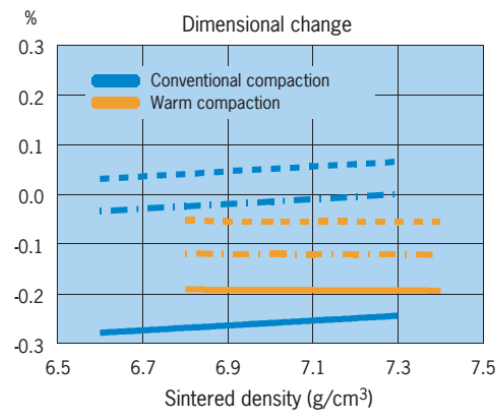


Figura 34: Gráficas que representan las propiedades en función de la densidad sinterizada del polvo Astaloy Mo en las siguientes condiciones de fabricación: temperatura de sinterización de 1120 °C y tiempo de sinterización 30 minutos en atmósfera 90/10 N₂/H₂. a) Resistencia a la tracción y límite elástico. b) Dureza. c) Módulo de Young. d) Energía de Impacto. e) Alargamiento. f) Variación dimensional (de densidad en verde a densidad sinterizada) [20]

PASC 60

A continuación, en las siguientes figuras, obtenidas de los manuales de la empresa fabricante Höganas, se puede observar la variación de las distintas propiedades de este polvo en función de la temperatura de sinterización y de la atmósfera empleada en dicho proceso.

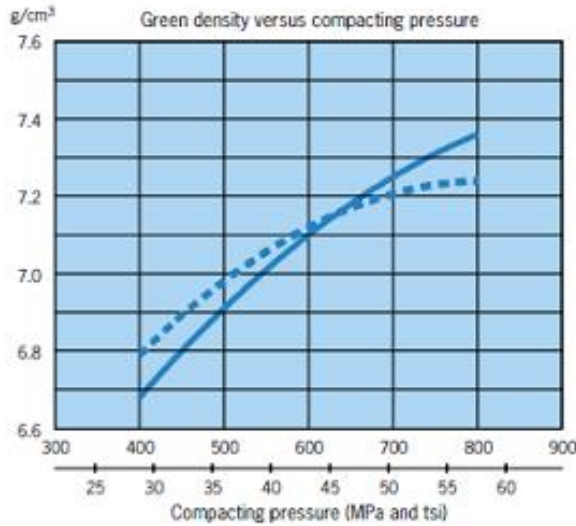
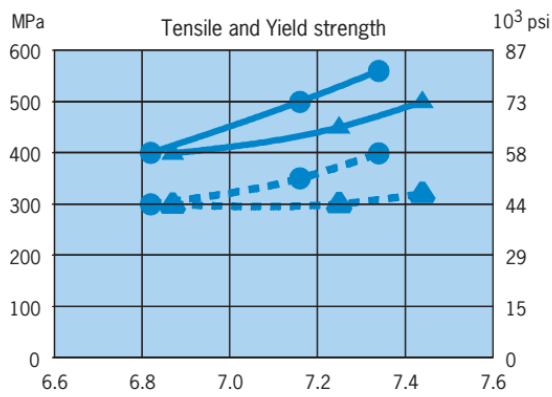
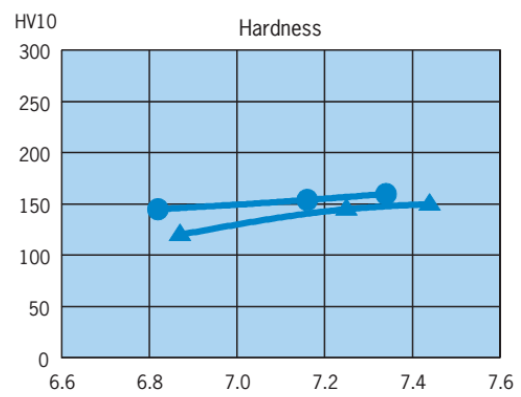


Figura 35: Densidad en verde en función de la presión de compactación para el polvo PASC60 [20]

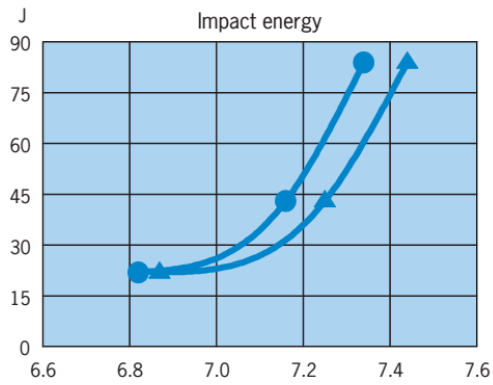
a)



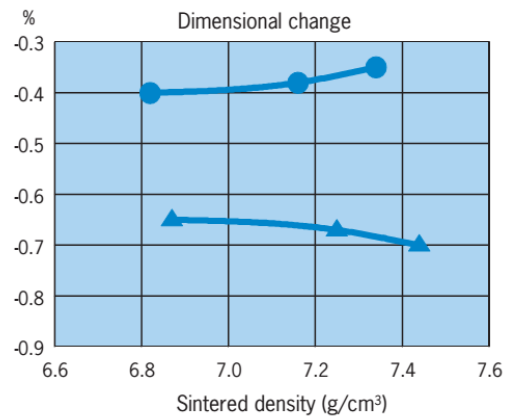
b)



c)



d)



e)

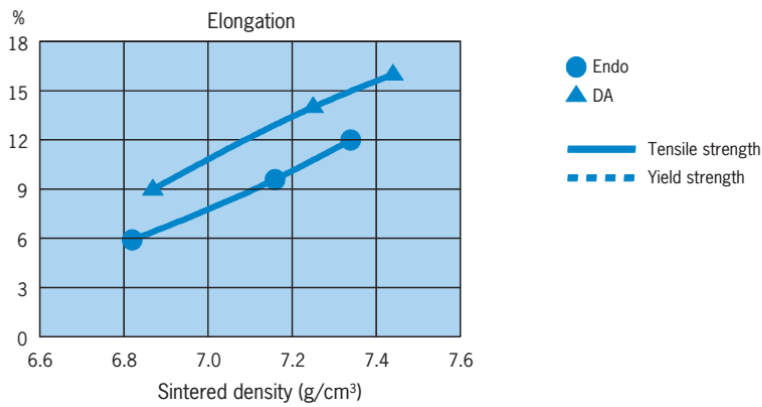


Figura 36: Gráficas que representan las propiedades en función de la densidad sinterizada del polvo Pasc60 en las siguientes condiciones de fabricación: temperatura de sinterización de 1120 °C y tiempo de sinterización 30 minutos en atmósfera Endogás. a) Resistencia a la tracción y límite elástico. b) Dureza. c) Energía de Impacto. d) Variación dimensional (de densidad en verde a densidad sinterizada) e) Alargamiento [20]

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Secuencia de procedimientos llevados a cabo a lo largo del proyecto	14
Figura 2: Etapas del proceso de fabricación por pulvimetalurgia	19
Figura 3: Proceso de atomización con agua [6]	21
Figura 4: Proceso de atomización con gas inerte [6]	21
Figura 5: Fases de la compactación [6]	23
Figura 6: Relación entre la densidad y las propiedades mecánicas [8]	25
Figura 7: Mecanismos de transporte de masa entre granos [6]	25
Figura 8: Disminución de la compresibilidad según la cantidad de aleante añadido al material [19]	31
Figura 9: Dureza Jominy de materiales con un porcentaje de Mo de 0,3%, 0,5% y 0,85% comparados con un acero Fe-C [19]	32
Figura 10: Partícula de polvo Astaloy Mo. [20]	36
Figura 11: Partícula de polvo PASC 60. [20]	36
Figura 12: Proceso de obtención de las muestras de material	37
Figura 13: Esquema del proceso de sinterización	40
Figura 14: Dimensiones de probeta para ensayos de tracción de productos pulvimetalúrgicos. []	45
Figura 15: Indentador del ensayo de dureza Vickers []	47
Figura 16: Esquema del ensayo Charpy [31]	48
Figura 17: Comparativa del porcentaje de Carbono de los aceros estudiados con respecto al porcentaje de grafito añadido	52
Figura 18: Densidad de los materiales sinterizados medidas por el principio de Arquímedes y densidad relativa de cada material	54
Figura 19: Comparativa de la variación dimensional de los aceros estudiados.	55
Figura 20: Resultado de la mezcla y la compactación de los polvos usados para fabricar el material	56
Figura 21: Micrografías de aceros de composición Fe - 0,5%C - 0,15%P / 1,12%Mo sinterizados a 1120 °C. a) y b) sinterizados en Endogás y enfriados a 0,8 °C/s; c) y d) sinterizados en 90/10 - N ₂ /H ₂ y enfriados a 0,8 °C/s; e) y f) sinterizados en 90/10 - N ₂ /H ₂ y enfriados a 4 °C/s.	58
Figura 22: Micrografías de aceros de composición Fe - 0,5%C - 0,15%P / 1,12%Mo sinterizados a 1120 °C. a) sinterizado en Endogás y enfriado a 0,8 °C/s; b) sinterizado en 90/10 - N ₂ /H ₂ y enfriado a 0,8 °C/s; c) sinterizado en 90/10 - N ₂ /H ₂ y enfriado a 4 °C/s.	60
Figura 23: Detalle de la intercarra entre la Bainita y la Ferrita-Perlita	61

<i>Figura 24. Propiedades de los materiales ensayados a tracción. RM: resistencia a tracción, LE: límite elástico, ϵ: deformación porcentual.</i>	63
<i>Figura 25: Comparativo de la dureza HV10-HV30 de los aceros estudiados</i>	64
<i>Figura 26. Energía absorbida en el impacto en los distintos aceros estudiados</i>	65
<i>Figura 27: Comparativa de la Resistencia frente al Alargamiento con otras familias de aceros de baja aleación sinterizados. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio</i>	66
<i>Figura 28: Comparativa de la Resistencia frente a la cantidad de elementos de aleación con otras familias de aceros de baja aleación sinterizados. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio</i>	67
<i>Figura 29: Comparativa de la Dureza frente a la cantidad de elementos de aleación con otras familias de aceros de baja aleación sinterizados. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio</i>	68
<i>Figura 30: Comparativa de la Resistencia frente al Alargamiento con los aceros de composición similar sinterizados en horno industrial fabricados en un proyecto previo. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio</i>	68
<i>Figura 31: Comparativa de la Resistencia frente a la cantidad de elementos de aleación con los aceros de composición similar sinterizados en horno industrial fabricados en un proyecto previo. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio</i>	69
<i>Figura 32: Comparativa de la Dureza frente a la cantidad de elementos de aleación con los aceros de composición similar sinterizados en horno industrial fabricados en un proyecto previo. Leyenda: WDC P-Mo-C aceros objeto del estudio</i>	70
<i>Figura 33: Densidad del material sinterizado en función de la presión de compactación en una compactación en caliente. Las condiciones de fabricación en las que se han obtenido estas propiedades son una temperatura de sinterización de 1120 °C y un tiempo de 30 minutos en atmósfera 90/10 N₂-H₂. [20]</i>	75
<i>Figura 34: Gráficas que representan las propiedades en función de la densidad sinterizada del polvo Astaloy Mo en las siguientes condiciones de fabricación: temperatura de sinterización de 1120 °C y tiempo de sinterización 30 minutos en atmósfera 90/10 N₂/H₂. a) Resistencia a la tracción y límite elástico. b) Dureza. c) Módulo de Young. d) Energía de Impacto. e) Alargamiento. f) Variación dimensional (de densidad en verde a densidad sinterizada) [20]</i>	76
<i>Figura 35: Densidad en verde en función de la presión de compactación para el polvo PASC60 [20]</i>	77
<i>Figura 36: Gráficas que representan las propiedades en función de la densidad sinterizada del polvo Pasc60 en las siguientes condiciones de fabricación: temperatura de sinterización de 1120 °C y tiempo de sinterización 30 minutos en atmósfera Endogás. a) Resistencia a la tracción y límite elástico. b) Dureza. c) Energía de Impacto. d) Variación dimensional (de densidad en verde a densidad sinterizada) e) Alargamiento [20]</i>	78

Bibliografía

- [1] J.M. Torralba, A. Navarro, M. Campos “From the TRIP effect and Quenching and Partitioning steels concepts to the development of new high-performance, lean powder metallurgy steels” *Materials Science and Engineering: A*. Vol. 573, 20 June 2013, Pages 253–256
- [2] L. Córdova González, “Desarrollo de microestructuras duales en aceros de baja aleación sinterizados”; PFC Universidad Carlos III, Ingeniería Industrial, 2014. Tutores: J.M. Torralba y M. Campos
- [3] A. Navarro López; “Diseño y caracterización de aceros sinterizados aleados con fósforo y molibdeno”; PFC Universidad Carlos III, Ingeniería Industrial, 2012. Tutor: J.M. Torralba
- [4] J.A. Puértolas, R. Ríos, M. Castro, J.M. Casals; “Tecnología de Materiales”, ed. Síntesis. ISBN: 978-84-975665-3-7. Capítulos 4, 16, 20, 22
- [5] J.M. Bisang, “Producción electroquímica de polvos metálicos”; Programa de Electroquímica Aplicada e Ingeniería Electroquímica (PRELINE), Facultad de Ingeniería Química (UNL), Santiago del Estero 2829, S3000AOM Santa Fe, Argentina. Registro N°ISSN 1668-4788
- [6] Apuntes de Tecnología de Polvos de la Universidad Carlos III
- [7] Francis Hanejko, “Single Press / Single Sinter Solutions to High Density”, Hoeganaes Corporation, Cinnaminson, NJ 08077, USA
- [8] Roland T. Warzel III, Sydney Luk, Paul Hofecker, “Warm Die Compaction process to achieve higher green density and green strength”, North American Höganäs, Inc. Hollsopple, PA 15935
- [9] Von F. Thümmeler und R. Oberacker, “Introduction to power metallurgy”, 384 Seiten, The Institute of Materials, London 1993
- [10] C. Ferrer Giménez, V. Amigó Borrás; “Tecnología de materiales”, ed. Universidad Politécnica de Valencia. ISBN: 84-9705-363-X. Tema 7: Procesos de sinterización
- [11] Serafí Vives, “Atmósferas en los tratamientos térmicos”, 2012. Disponible en: <http://www.interempresas.net/Quimica>
- [12] Piedad García Álvarez, “Aceros sinterizados de altas prestaciones y baja aleación para la industrialización de cubos sincronizadores”, Tesis Doctoral Universidad Carlos III, Abril 2013. Directores: Mónica Campos y José Manuel Torralba
- [13] A. Klekovkin, R.T. Warzel III, S. Bengtsson, S. Dizdar; “Comparison of cost effective Cr-Ni steel with common high performance powder metal (PM) steels”, North American Höganäs and Höganäs AB. Presented at PowderMet2010 in Fort Lauderdale on June 28, 2010
- [14] M. Sulowski; “Structure and mechanical properties of sintered Ni free structural parts”, *Powder Metallurgy* 2010. Vol. 53. No. 2. Pages 125-140

- [15] O. Bergman, S. Bengtsson; "Influence of Sintering Temperature and Component Density on the Properties of Prealloyed PM Steel Grades Containing Cr, Mo and Mn" Höganäs AB, Presented at EURO PM2009 in Copenhagen, on October 12, 2009
- [16] Wen-Fung Wang, "Effect of alloying elements and processing factors on the microstructure and hardness of sintered and induction-hardened Fe-C-Cu alloys"; Materials, Science and Engineering A 402 (2005) 92-97
- [17] M. Pagnola, Gilabert U., E. Ferrari, A. Ozols y H. Sirkin; "Estudio preliminar: Sinterizado en fase líquida de composites magnéticos blandos en base Fe- P", Asociación Argentina de Materiales. Registro N°ISSN 1668-4788
- [18] N. Candela, F. Velasco, M.A. Martínez, J.M. Torralba; "Influence of microstructure on mechanical properties of molybdenum alloyed P/M steels", Journal of Materials Processing Technology 168 (2005) 505–510
- [19] W. Brian James, Bruce Lindsley, Howard G. Rutz, and K.S. Narasimhan, "Lean Hybrid Low-Alloy PM Molybdenum Steels"; Hoeganaes Corporation, Cinnaminson, NJ, USA
- [20] Manual de la empresa Höganäs "Polvos de hierro y acero Höganäs para componentes sinterizados", Höganäs AB, 2002
- [21] S. Hatami, A. Malakizadi, L. Nyborg, D. Wallin; "Critical Aspects of sinter-hardening of prealloyed Cr-Mo Steel" Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 1180-1189
- [22] Laboratorio de técnicas instrumentales de la Universidad de Valladolid. Análisis de carbono y Azufre. Disponible en: <http://laboratoriotecnicasinstrumentales.es/analisis-quimicos/analisis-de-carbono-y-azufre>
- [23] Norma ISO 2738:1999 (E) principio de Arquímedes
- [24] Scanning Electron Microscopy. Disponible en: <http://www.nanoscience.com/>
- [25] Norma E8/E8M – 09 de la ASTM
- [26] L. Ciripová, E. Hryha, E. Dudrová, A. Výrostková; "Prediction of mechanical properties of Fe-Cr-Mo sintered Steel in relationship with microstructure", Materials and Design 35 (2012) Pages 619-625
- [27] UNE-EN ISO 6507-1:2005
- [28] Imagen disponible en: <http://www.struers.de>
- [29] UNE-EN 25754:1999
- [30] MPIF Standard 40 (1991)
- [31] "Comportamiento de componentes estructurales bajo cargas impulsivas", Departamento de Mecánica de Medios Continuos y Teoría de Estructuras, Universidad Carlos III

[32] B. A. James; "Liquid phase sintering in ferrous powder metallurgy", Powder Metallurgy 1985, Vol. 28, No. 3. Pages 121-130

[33] Bruce Lindsley and Thomas Murphy, "Dimensional Precision in Sinter-Hardening PM Steels"; Hoeganaes Corporation

[34] Roland T. Warzel III, D. Milligan, S. Berg, S. Bengtsson; "Dimensional Change Comparison of Materials with Different Microstructures" North American Höganäs and Höganäs AB

[35] C. Larsson and U. Engström; "High Performance Sinter Hardening Materials for Synchronizing Hubs", Höganäs AB, Sweden. Presented at EURO PM2011 in Barcelona, October 10, 2011