



**Escola Politècnica Superior  
de Castelldefels**

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

# TREBALL DE FI DE CARRERA

**TÍTOL DEL TFC: Mesura de la duresa en vidres metàl·lics emprant un microduròmetre**

**TITULACIÓ: Enginyeria Tècnica Aeronàutica, especialitat Aeronavegació**

**AUTOR: Eduardo Segovia García**

**DIRECTOR: Daniel Crespo Artiaga**

**DATA:**



**Títol:** Mesura de la duresa en vidres metàl·lics emprant un microduròmetre

**Autor:** Eduardo Segovia García

**Director:** Daniel Crespo Artiaga

**Data:**

## **Resum**

El descobriment dels vidres metàl·lics és molt recent i la seva investigació és de gran interès degut a les seves propietats mecàniques.

Un vidre és qualsevol material que pot ser refredat de líquid a sòlid sense cristal·litzar. La majoria de metalls cristal·litzen a mesura que es refreden, aconseguint així un ordre intern entre àtoms. En canvi, quan no es produeix cap cristal·lització, no es crea cap mena d'ordre intern obtenint així un vidre metàl·lic.

Aquest projecte té dos objectius. Per una banda, posar en marxa el microduròmetre que ens permetrà extreure valors de duresa i, per l'altra banda, estudiar el comportament de les mostres de vidre metàl·lic davant d'assajos de microduresa.

En el treball hi ha una descripció del microduròmetre i el seu funcionament. A l'hora de fer les primeres mesures ens vam adonar que l'aparell no estava ben calibrat i es va haver de calibrar. Un cop calibrat el microduròmetre, es va passar a fer les mesures de duresa Vickers.

Els resultats dels assajos s'exposen en el treball i se'n dona una breu explicació.

Al final del treball es mostren les conclusions a les que s'ha arribat a mode de resum.

**Title:** Mesura de la duresa en vidres metàl·lics emprant un microduròmetre

**Author:** Eduardo Segovia García

**Director:** Daniel Crespo Artiaga

**Date:**

## Overview

The discovery of metallic glasses is very recent and their research is of great interest due to its mechanical properties.

A glass is any material that can be cooled from a liquid to a solid without crystallizing. Most metals do crystallize as they cool, arranging their atoms into a highly regular spatial pattern. But if crystallization doesn't occur, and the atoms settle into a nearly random arrangement, the final form is a metallic glass.

This project has two objectives. On the one hand, the installation and start-up of the micro-hardness tester that will allow us to extract hardness values and on the other hand, the behavior of metallic glasses samples after being tested.

There is a description of the micro-hardness tester and its operation. After doing the first measurements we notice that the tester wasn't correctly calibrated so it had to be calibrated again. Once calibrated, we started with new Vickers hardness measurements.

All the results are shown with a brief explanation about them.

A summary of the conclusions that were reached is presented at the end of this project.

Hi ha vegades que miro enrere i me n'adono que totes les persones que han passat i passen per la meva vida, es mereixen el meu agraïment. És per això que dedico aquest treball a la meva família i amics per el seu suport i a en Daniel Crespo per la seva ajuda i entrega.

# ÍNDEX

<b>INTRODUCCIÓ .....</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTOL 1. DURESA .....</b>	<b>2</b>
1.1. Definició .....	2
1.2. Conceptes generals sobre indentació .....	2
1.3. Mètodes d'indentació més importants.....	3
1.3.1. Mètode Brinell .....	3
1.3.2. Mètode Vickers .....	5
1.3.3. Mètode Knoop .....	6
1.4. Aspectes generals de la indentació .....	7
1.4.1. Restriccions dels mètodes d'indentació.....	7
1.4.2. Conducta de les mostres de materials davant la indentació .....	8
<b>CAPÍTOL 2. MICRODURÒMETRE.....</b>	<b>11</b>
2.1. Introducció.....	11
2.2. Components de l'equip.....	11
2.2.1. Plataforma.....	12
2.2.2. Penetrador Vickers .....	12
2.2.3. Lents .....	12
2.2.4. Pantalla tàctil.....	12
2.2.5. Micròmetre .....	13
2.3. Software del Microduròmetre.....	13
2.4. Calibració del Microduròmetre .....	15
2.5. Procediment a seguir per als assajos.....	16
<b>CAPÍTOL 3. ASSAJOS PREVIS DE MICRODURESA .....</b>	<b>17</b>
3.1. Mostres d'alumini.....	17
3.1.1. Mostra Al 7075-T6 .....	17
3.1.2. Mostra Al 2024-T3 .....	18
3.1.3. Mostres sense etiquetar.....	19
3.1.4. Classificació .....	20
<b>CAPÍTOL 4. ASSAJOS DE MICRODURESA A VIDRES METÀL·LICS .....</b>	<b>21</b>
4.1. Vidres metàl·lics .....	21
4.1.1. Introducció.....	21
4.1.2. Propietats dels vidres metàl·lics .....	22
4.1.3. Aplicacions dels vidres metàl·lics.....	22
4.1.4. Producció de les mostres.....	23
4.2. Abans d'assajar .....	24
4.3. Assajos de microdureza.....	26

4.3.1. Efecte Hall-Petch .....	26
4.3.2. Mostra Pd <sub>x</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>x</sub> .....	27
4.3.2.1. Resultats dels assajos .....	27
4.3.2.2. Ajust a comportament Hall-Petch .....	28
4.3.3. Mostra Fe <sub>72,1-x</sub> [...]-Mo <sub>x</sub> .....	30
4.3.3.1. Resultats dels assajos .....	31
4.3.3.2. Ajust a comportament Hall-Petch .....	32
4.3.4. Mostra Cr <sub>x</sub> .....	34
4.3.4.1. Resultats dels assajos .....	34
4.3.4.2. Ajust a Hall-Petch .....	36
<b>CAPÍTOL 5. CONCLUSIONS .....</b>	<b>38</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>40</b>





# INTRODUCCIÓ

Les estructures i els dispositius emprats a la indústria han anat evolucionant cada vegada més fins arribar a avui dia, on es treballa amb dispositius de mides submicromètriques o nanomètriques. En el camp de l'enginyeria de materials, sempre ha estat de vital importància mesurar i caracteritzar les propietats mecàniques dels materials. Aquesta necessitat ha beneficiat al desenvolupament dels instruments de indentació que són capaços de caracteritzar les propietats mecàniques de volums de mostres molt petits tals com els vidres metàl·lics.

Els vidres metàl·lics són un nou tipus de material amb propietats estructurals i mecàniques molt interessants. El seu estudi és una batalla recent i present, que obre les portes a una nova revolució en l'àmbit dels materials i les seves aplicacions industrials.

L'objectiu d'aquest treball es basa en la mesura de la duresa Vickers en vidres metàl·lics obtinguts en cinta. Emprant un microduròmetre, s'estudiarà la homogeneïtat de les mesures en diferents mostres de vidres metàl·lics de la mateixa composició.

A la primera part del treball es defineix el terme de duresa i s'expliquen les generalitats que envolten a la indentació. A més, es fa una menció dels mètodes més importants per al càlcul de la duresa.

A la segona part es descriu el funcionament del microduròmetre. S'explica com s'utilitza el software que integra la màquina per a extreure les dades i es fa una descripció de les parts que formen l'equip. També s'indica com calibrar la màquina i es recomana un procediment per a fer els assajos.

La tercera part descriu la verificació del funcionament del microduròmetre amb mostres de duresa coneguda, en aquest cas aliatges comercials de alumini d'us en la indústria aeronàutica.

A la quarta part ja ens endinsem a l'estudi de la duresa dels vidres metàl·lics. Primer de tot s'amplia la visió d'aquest tipus de materials amb una petita introducció on s'explica el procés d'obtenció i les seves propietats. En segon lloc es mostren els resultats obtinguts de les diferents mostres de PdSiCu fent una intercomparació entre les cintes, i entre, les cintes i una mostra de vidre metàl·lic massiva. Per últim, s'han assajat altres mostres de vidre metàl·lic amb diferents composicions i s'ha estudiat la variació i el comportament de la duresa envers a aquest canvi de composició.

Finalment a la última part es mostren les conclusions després de realitzar tots els assajos i comparar-los entre ells.

# CAPÍTOL 1. DURESA

## 1.1. Definició

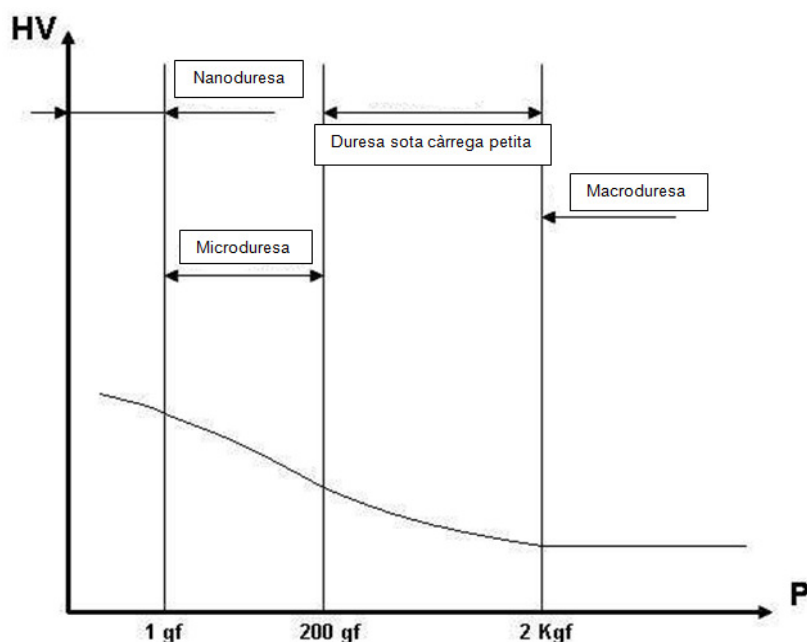
La duresa d'un material ve donada per la resistència que oposa aquest davant la penetració d'un cos més dur o, dit d'una altra manera, la resistència que presenta un cos a ser deformat plàsticament. Aquesta resistència es determina a través de indentacions, és a dir, introduint un cos de forma esfèrica, cònica o piramidal, per l'efecte que produeix una força determinada durant un cert temps en el cos a assajar.

Per tant, es pot dir que com a indicador de duresa s'utilitza la deformació permanent o deformació plàstica.

## 1.2. Conceptes generals sobre indentació

La tècnica de la indentació va ser implementada per Brinell al voltant del 1900. La indentació és un assaig que consisteix en pressionar un indentador sobre la superfície deixant una empremta residual sobre el material. Als assajos de duresa tradicionals la duresa ve determinada per l'observació de l'empremta, és a dir, depenent de la càrrega màxima aplicada i de la geometria de l'empremta es pot obtenir el valor de la duresa.

Les mesures de duresa poden ser classificades com macro-, micro- o nano- depenent de l'escala de forces aplicades.



**Fig. 1.1.** Relació entre els diferents camps de càrregues i els assajos de duresa.

A la figura 1.1. es poden diferenciar 4 dominis de forces que s'utilitzen als assajos de duresa:

**Macroduresa:** l'assaig de macroduresa és un mètode bastant simple i ràpid per a l'obtenció de dades de les propietats mecàniques sobre materials en volum majoritàriament mitjançant assajos de Rockwell o Brinell. Les càrregues utilitzades són de 1 kp o superiors.

**Microduresa:** és la duresa, de recobriments o tractaments superficials amb un espessor igual a varies micres, d'un material que es determina mitjançant un indentador, majoritàriament Vickers, amb càrregues que oscil·len entre 1 p i els 1000 p. En aquests assajos, l'àrea de contacte projectada es mesura després de ser retirat l'indentador amb ajuda d'un microscopi degut a les mides tan petites de les empremtes.

**Nanoduresa:** els assajos de nanoindentació mesuren la duresa, sobre recobriments amb un espessor inferior a la micra, aplicant càrregues d'indentació per sota d' 1 p i limitant les penetracions de l'indentador a unes desenes o centenares de nanòmetres. Per a aquests assajos s'utilitzen equips d'extrema precisió i sensibilitat que fins i tot s'han d'aïllar tèrmica i acústicament.

En resum, la duresa  $H$  s'obté mitjançant la mesura de la penetració de l'indentador o bé mesurant directament l'àrea de l'empremta residual sobre la superfície del material, d'acord amb l'expressió:

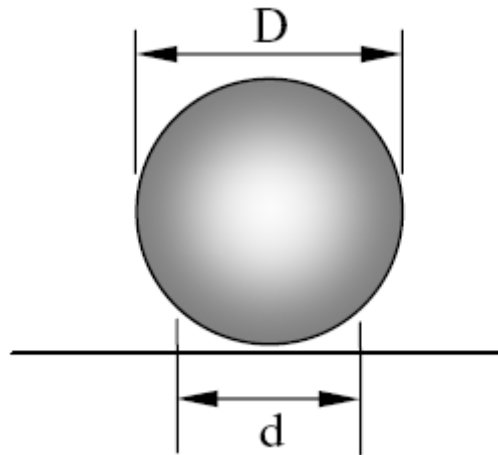
$$H = \frac{P}{A} \quad (1.1)$$

on  $P$  és la força aplicada al indentar i  $A$  és l'àrea superficial de l'empremta residual.

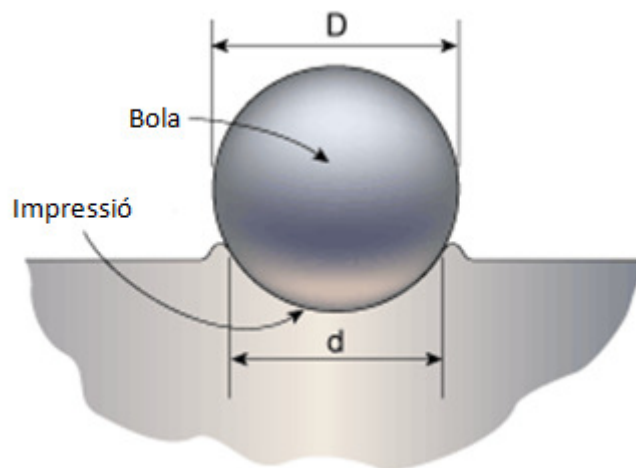
## 1.3. Mètodes d'indentació més importants

### 1.3.1. Mètode Brinell

En el segle XIX l'enginyer suec Brinell va presentar un article a la societat sueca descrivint la seva prova de "bola" que va arribar a ser universalment utilitzada a la indústria del metall. La prova de Brinell consisteix en comprimir una bola d'acer temperada, de diàmetre de  $D=2.5$  mm,  $D=5$  mm ó  $D=10$  mm, contra el material a assajar amb una força  $P$ .



**Fig. 1.2.** Geometria de l'indentador Brinell.



**Fig. 1.3.** Indentació Brinell al aplicar la càrrega.

Després d'alliberar la càrrega es mesura el diàmetre ( $d$ ) de l'empremta amb un dispositiu amplificador òptic. La duresa Brinell és un valor adimensional resultant de:

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

**(1.2)**

on  $P$  és la càrrega aplicada,  $D$  el diàmetre de la bola i  $d$  el diàmetre mig de l'empremta. Se sap experimentalment que el número de duresa Brinell de gairebé tots els materials està influenciat per la càrrega de penetració, el diàmetre de la bola i les característiques elàstiques del mateix.

És per aquest motiu que en general s'ha d'utilitzar un indentador esfèric de 10 mm de diàmetre d'acer endurit o carbur de tungstèn.

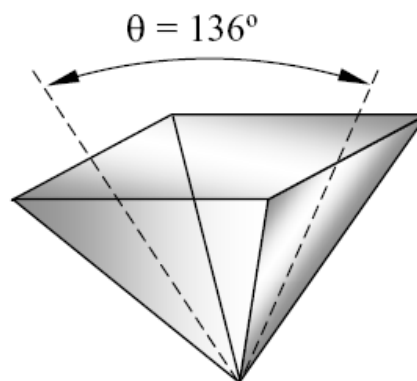
La designació de la duresa Brinell ve donada per un número, resultat de l'equació 1.2., seguit pel símbol HB.

### 1.3.2. Mètode Vickers

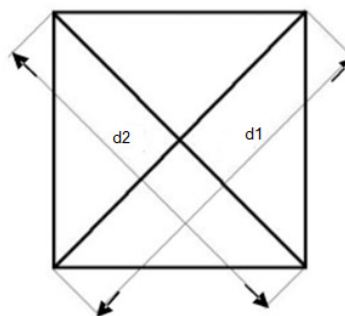
El mètode Vickers va néixer el 1925 i encara continua sent el més utilitzat en l'actualitat a nivell de processos industrials. En aquest cas s'utilitza com a indentador un cap de diamant amb forma piramidal de base quadrada amb un angle de  $136^\circ$  entre cares oposades. El càlcul de la duresa Vickers es realitza mitjançant la càrrega de l'indentador  $P$  i l'àrea superficial de l'empremta:

$$HV = \frac{2P}{d^2} \operatorname{sen} \frac{136^\circ}{2} = 1.86 \frac{P}{d^2} \quad (1.3)$$

on  $P$  és la càrrega aplicada en Newtons i  $d$  és la longitud mitja de les diagonals de l'empremta mostrades a la figura 1.4. i 1.5.



**Fig. 1.4.** Geometria de l'indentador Vickers.



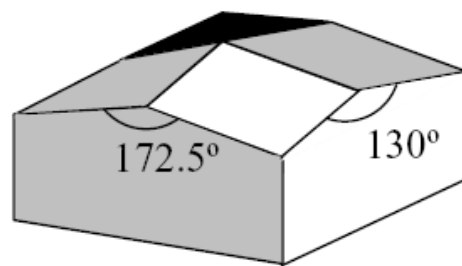
**Fig. 1.5.** Diagonals de l'empremta.

La duresa Vickers se sol denominar microduresa pel fet que el vèrtex de la piràmide de l'indentador de diamant es pot executar molt agut permetent-nos realitzar indentacions amb una profunditat de dècimes de micra. La determinació de la mida de l'empremta s'ha de fer mitjançant un microscopi òptic de suficients augments.

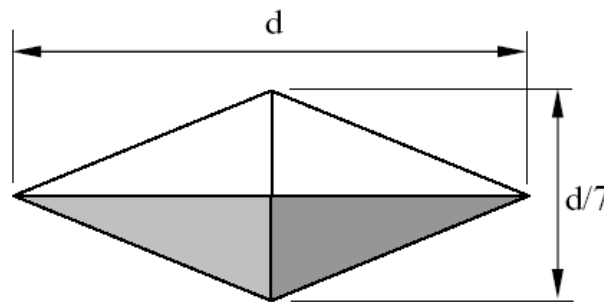
La designació de la duresa Vickers ve donada pel número calculat a partir de l'equació 1.3. seguit per les sigles HV.

### 1.3.3. Mètode Knoop

Aquest mètode va ser elaborat el 1939 per F. Knoop. L'indentador Knoop és molt semblant a l'indentador Vickers, excepte que la piràmide de base amb forma de romboedre té diagonals de longituds desiguals, el que fa que l'empremta tingui una diagonal amb una longitud set vegades la diagonal més curta. A més, l'indentador de diamant té un angle apical de  $130^\circ$  i  $172^\circ-30'$ .



**Fig. 1.6.** Geometria de l'indentador Knoop.



**Fig. 1.7.** Diagonals de l'empremta.

El fet que una diagonal sigui major facilita la visualització al microscopi i la mesura de la mida de l'empremta. Amb aquestes dimensions, l'àrea de l'empremta es pot calcular només mesurant la llargada de la diagonal més gran.

Un cop tenim mesurada la longitud de la diagonal més gran podem obtenir la duresa Knoop a partir de la formula següent:

$$HK = \frac{2P}{d^2 \left[ \cot \frac{172,5^\circ}{2} \tan \frac{130^\circ}{2} \right]} \quad (1.4)$$

on  $P$  és la força aplicada i  $d$  la longitud de la diagonal més llarga utilitzada per determinar l'àrea de l' impressió.

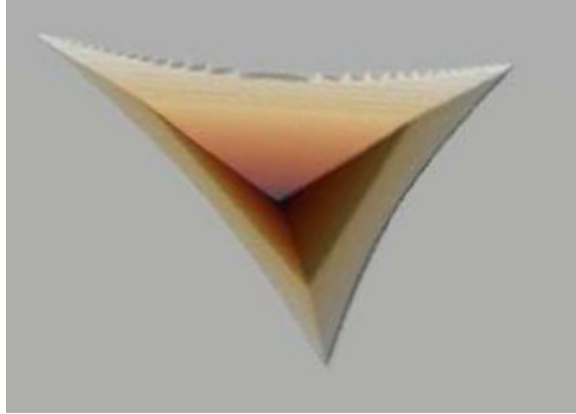
La designació de la duresa Knoop també ve donada pel número calculat a partir de l'equació 1.4. seguit per les sigles HK.

## 1.4. Aspectes generals de la indentació

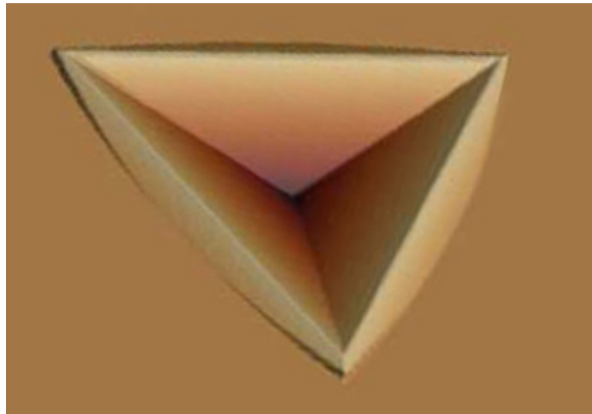
### 1.4.1. Restriccions dels mètodes d'indentació

A l'hora de mesurar la duresa en capes de recobriments molt fins els mètodes abans esmentats poden presentar una sèrie de limitacions, tals com:

- La mida de l'empremta residual ha d'estar dintre dels marges de la resolució del microscopi per a fer una bona mesura de la mateixa.
- Efectes de la deformació elàstica de la mostra. Al aplicar els mètodes d'indentació en materials durs, una part important de la deformació es elàstica i es recupera a la descàrrega. Aquesta informació no es pot detectar a l'hora de mesurar l'empremta residual.
- Formació d'esquerdes o fissures, no quantificables, en el material degut a la aplicació de càrregues elevades. Aquestes esquerdes o fissures poden ser fàcilment observables i a més poden influir considerablement en els valors de la duresa.
- Degut a la relaxació elàstica del material, l'empremta residual que queda després d'haver fet la punció no té la mateixa forma que la del indentador. Si comparem la forma d'un triangle perfecte amb la de les empremtes podem observar els fenòmens de *Pile-up* i *Sink-in*.



**Fig. 1.8.** Efecte Sink-in



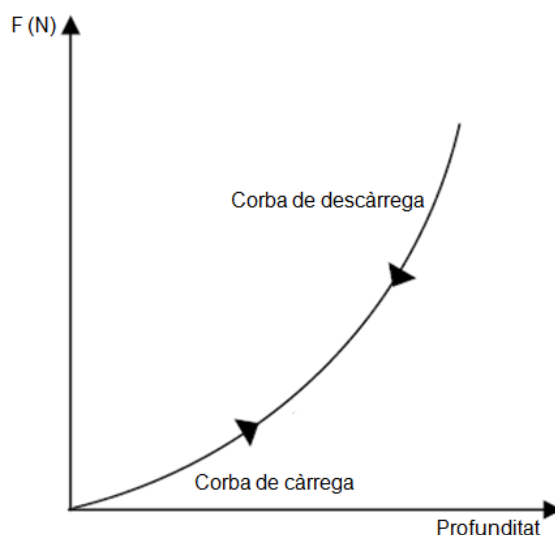
**Fig. 1.9.** Efecte Pile-up

#### **1.4.2. Conducta de les mostres de materials davant la indentació**

En una indentació es poden observar 3 tipus de comportaments dels materials que a continuació es descriuen.

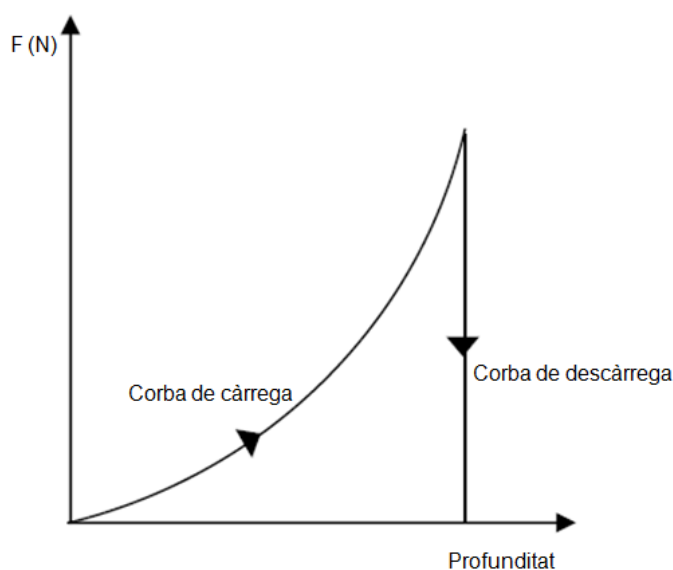
- Comportament *elàstic*: es produeix si la deformació produïda per una força a un material es recupera totalment. Quan un material totalment elàstic és indentat, la forma de la corba de càrrega coincideix perfectament amb la corba de descàrrega, és a dir, al ser retirat l'indentador l'empremta produïda o la deformació desapareix completament.





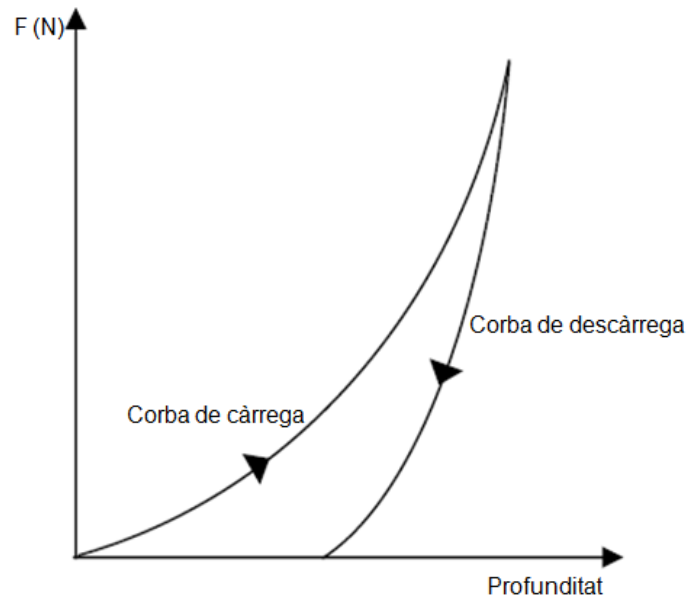
**Fig. 1.10.** Corba de càrrega – descàrrega d'un material completament elàstic.

- Comportament *plàstic*: quan s'aplica una càrrega a un material, el límit elàstic d'aquest pot ser superat, amb la qual cosa la deformació passa a ser permanent i irreversible. Quan es retira l'indentador en el material queda una empremta permanent igual a la formada a la màxima profunditat de penetració de l'indentador.



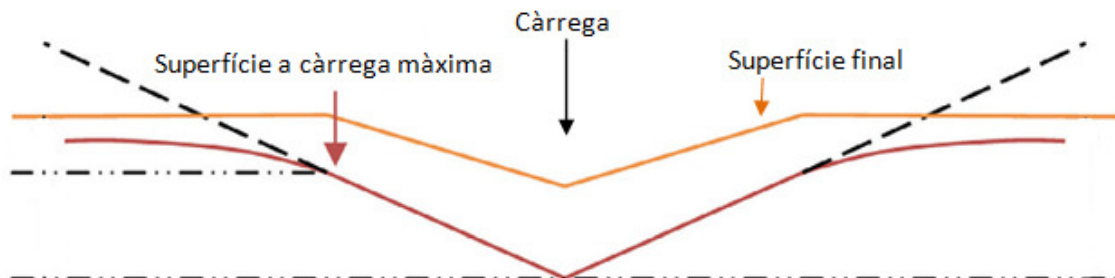
**Fig. 1.11.** Corba de càrrega – descàrrega d'un material completament plàstic.

- Comportament *elastoplàstic*: una deformació elastoplàstica és aquella on en un mateix volum coexisteixen una deformació plàstica del material i una deformació elàstica. Això vol dir que quan es retiren les càrregues d'indentació, el volum deformat plàsticament mostra una certa recuperació elàstica.



**Fig. 1.12.** Corba de càrrega – descàrrega d'un material elasto-plàstic.

Com es pot observar a la figura 1.12, la corba de descàrrega no segueix una llei lineal, el que prova que durant la retirada de l'indentador, la relaxació elàstica condueix a una variació de la forma de l'empremta i a la vegada de la superfície de contacte.



**Fig. 1.12.** Efecte de la relaxació elàstica sobre la forma de l'empremta al ser retirat l'indentador.

## CAPÍTOL 2. MICRODURÒMETRE

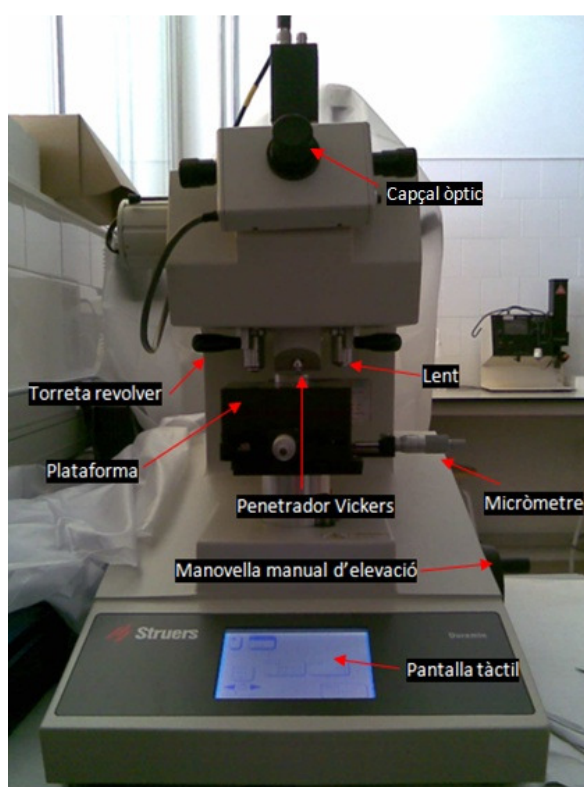
### 2.1. Introducció

El Microduròmetre realitza assajos per empremta, és a dir, un material proper a la duresa del diamant és utilitzat per crear una deformació permanent a la superfície de la mostra d'assaig, sent la duresa de la mostra d'assaig la determinada per la relació entre la càrrega necessària per crear la deformació i la dimensió de l'empremta produïda.

L'aparell pot ser utilitzat per mesurar la duresa Vickers utilitzant un penetrador Vickers (un penetrador de diamant de forma piramidal amb un angle de  $136^\circ$  entre cares oposades), la duresa Knoop utilitzant un indentador Knoop i la duresa Brinell emprant un penetrador Brinell.

El penetrador Vickers és el que forma part de l'equip bàsic i l'utilitzat en els assajos d'aquest projecte.

### 2.2. Components de l'equip



**Fig. 2.1.** Imatge de les parts més rellevants del Microduròmetre.

### 2.2.1. Plataforma

Tal i com mostra la figura 2.1, la plataforma de la mostra d'assaig es visible a prop del centre de l'aparell. Les mostres d'assaig són col·locades en aquesta plataforma, de 120x120 mm, per als experiments. Amb l'ajuda de la manovella manual d'elevació es pot pujar o baixar la plataforma.

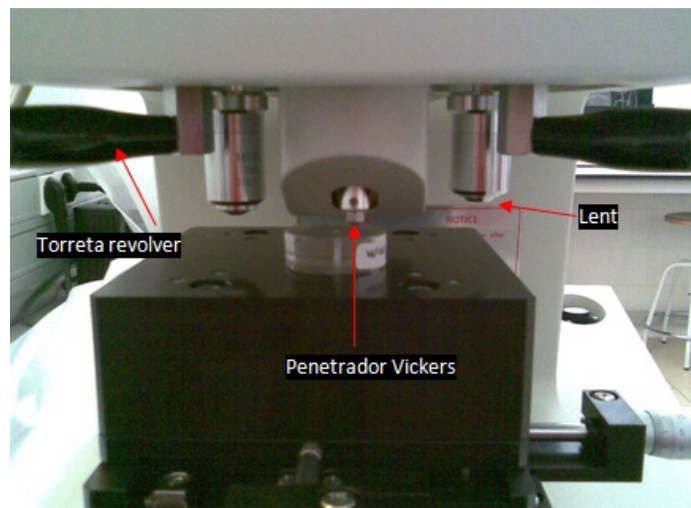
### 2.2.2. Penetrador Vickers

El tipus de penetrador o indentador és una piràmide de diamant amb un angle entre cares oposades de  $136^\circ \pm 0,5^\circ$ .

### 2.2.3. Lents

El sistema òptic s'utilitza per a definir la posició de la mesura i l'altura de la superfície de la mostra d'assaig quan es realitza l'assaig d'indentació. El sistema òptic combina un ocular de 10x o 40x, amb lo que constitueix un microscopi metal·lúrgic de 100x o 400x. Amb la torreta revòlver podem canviar entre les lents i el penetrador Vickers.

Les lents estan equipades amb una molla que permet retirar-les si són colpejades per sota; s'ha d'evitar el contacte amb la mostra d'assaig que podria ratllar les lents.



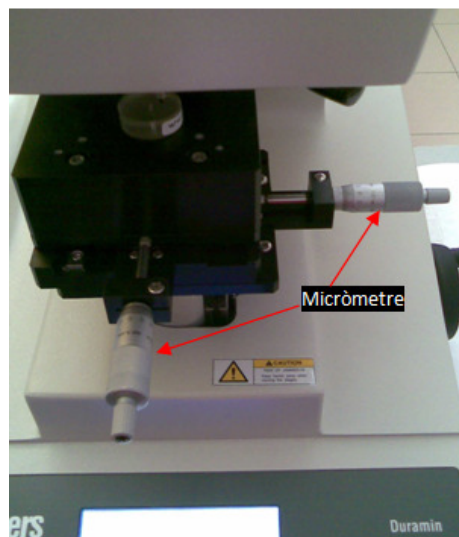
**Fig. 2.2.** Zona d'assaig del Microduròmetre.

### 2.2.4. Pantalla tàctil

El microduròmetre utilitza un panell de tacte LCD per a controlar les operacions bàsiques de l'equip i mostrar en pantalla les condicions d'assaig i els resultats.

Les pantalles mostrades en el panell de tacte LCD canvien segons les operacions que s'hagin realitzat. Tocant, amb suavitat, els botons que es mostren a la pantalla de tacte LCD es podran introduir els detalls i les condicions del test, dades de procés, etc.

### 2.2.5. Micròmetre



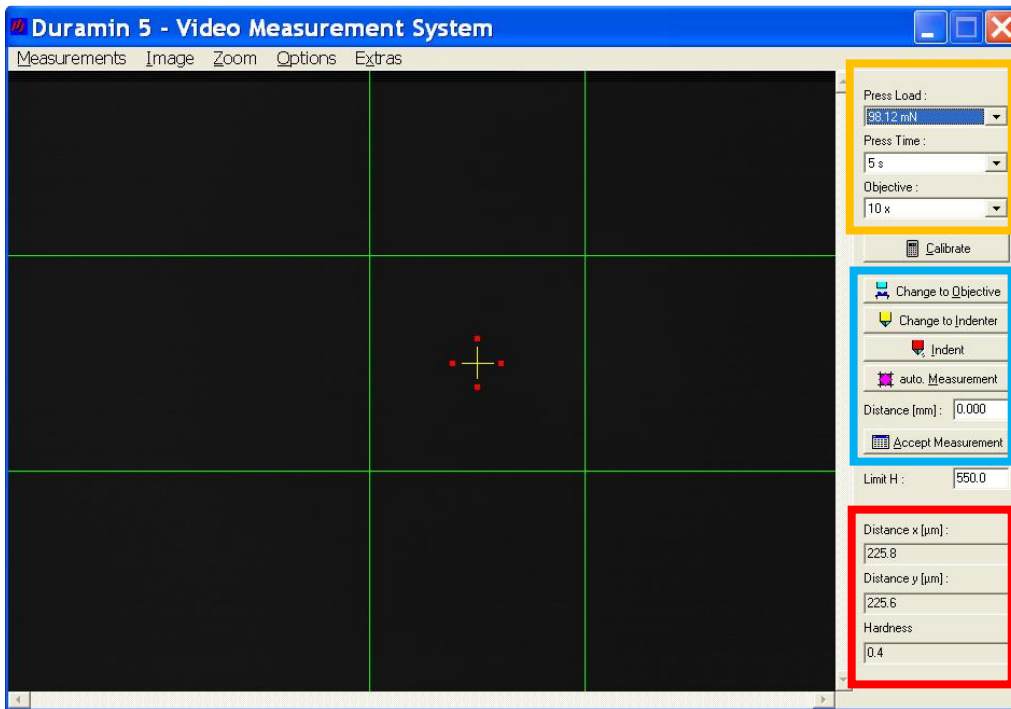
**Fig. 2.3. Micròmetres.**

La figura 2.3. mostra dos micròmetres que ens permeten desplaçar-nos per la mostra amb l'indentador o amb les lents en ambdós direccions  $x$  i  $y$ . Si girem el tambor del micròmetre una volta sencera el palpador avança o retrocedeix 0,5mm. A la línia longitudinal del micròmetre, té a la seva part superior representats les divisions de mil·límetres enters i a l'inferior les divisions dels mitjos mil·límetres. A la superfície del tambor hi ha 50 divisions iguals gravades, cada divisió equival a 0.01 mm, que indiquen la fracció de volta que s'ha produït.

### 2.3. Software del Microduròmetre

El software bàsicament el que ens permetrà fer serà controlar les lents i el indentador des de l'ordinador sense necessitat de fer-ho manualment a l'aparell, introduir els paràmetres per a la realització de l'assaig, observar i fer les mesures.

Quan iniciem el software, la pantalla que ens apareix és la següent:



**Fig. 2.4.** Pantalla que apareix en iniciar el software del Microduròmetre.

Per ordre d'observació, en primer lloc podem veure que ens apareix un menú on apareix en primer lloc *Measurements*. Aquí podem seleccionar quin tipus de duresa mesurarem, en el nostre cas mesurarem la duresa Vickers. Seguidament trobem *Image* on podem controlar les propietats de la imatge de la mostra assajada que ens mostra l'ordinador com, per exemple, guardar la imatge, congelar-la, canviar la brillantor, etc. El següent és *Zoom*, on podem fer augments de la imatge visionada. Després ve *Options*, lloc on se'ns permet entre altres coses escollir les unitats de força, Newtons o Pascals, i demanar els resultats obtinguts de cada indentació que ens seran mostrats en una taula com la següent:

	F	t	Lens	x [mm]	y [mm]	z [mm]	d1 [µm]	d2 [µm]	H

**Fig. 2.5.** Taula on es mostren els valors obtinguts de les diferents indentacions.

Com es pot observar a la figura 2.5. la informació que se'ns dóna sobre els assajos és la força aplicada en la indentació, el temps d'aplicació de la càrrega, la lent utilitzada per a la lectura de l'empremta, la distància en  $x$  i  $y$  que ens em desplaçat per la mostra amb el micròmetre, les longituds de les diagonals de l'empremta i finalment la duresa mesurada. Per guardar les dades només cal anar a *Measurements* del menú de la taula i exportar les dades a la carpeta destí que vulguem.

La zona enquadrada de color taronja a la figura 2.4., correspon a la zona des de on podem introduir les condicions i paràmetres de l'assaig. Per orde descendent, el primer que ens trobem és la casella *Press Load*, on podem seleccionar la força d'indentació. Seguidament es troba la casella *Press time* des de on escollirem el temps d'aplicació de la càrrega sobre la mostra. En tercer lloc està la casella de selecció de les lents on podem escollir entre un augment de 10x o bé de 40x.

La zona enquadrada de color blau a la figura 2.4., correspon a la zona des de on podem manipular el Microduròmetre automàticament sense necessitat d'haver de canviar manualment de les lents a l'indentador. Només utilitzarem la manovella manual d'elevació per enfocar millor la imatge de la mostra mostrada a la pantalla de l'ordinador.

Per últim, tenim la zona enquadrada de color vermell a la figura 2.4., que correspon a la zona més pròpia dels resultats de cada una de les indentacions. Com es pot observar, en primer lloc ens dóna la longitud de la diagonal horitzontal en  $\mu\text{m}$ , en segon lloc ens dóna la longitud de la diagonal vertical també en  $\mu\text{m}$  i per últim ens indica la duresa Vickers resultant de la indentació.

## 2.4. Calibració del Microduròmetre

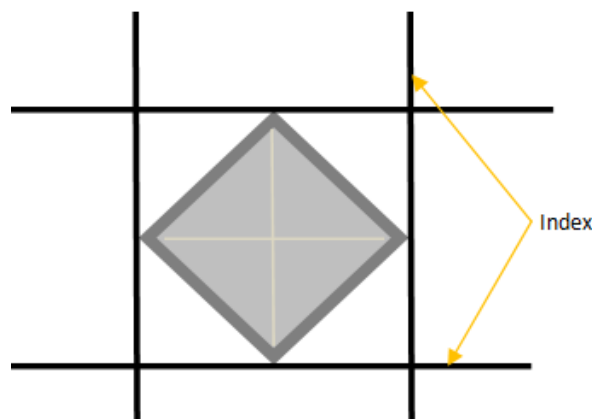
Prèviament a la medició de dureses a les mostres s'ha de realitzar una calibració del Microduròmetre amb el bloc de calibració que té inscrit un patró de longitud de 1mm amb una precisió de 0,01 mm i fent un click al botó *Calibrate*.

La Calibració consisteix en visualitzar amb cadascun dels objectius (10x i 40x) la regla de precisió i amb el micròmetre mesurar la distància entre cada una de les línies.

## 2.5. Procediment a seguir per als assajos

A continuació es numeren els passos bàsics per a la realització d'un assaig.

- Primer ens em d'assegurar que la superfície de la mostra estigui suficientment ben polida. Si la superfície és aspra, la línia de l'empremta no és gaire llisa i per tan la delimitació de les diagonals pot ser complicada o inclòs errònia.
- En segon lloc, col·loquem la mostra sobre la plataforma del Microduròmetre, prèviament haurem engegat l'aparell i també iniciat el software. Abans d'indentar, hem de visualitzar la superfície de la mostra a la pantalla de l'ordinador. Per aconseguir-ho, col·locarem la mostra de material sota el feix de llum ( camp visual de la lent) o si la mostra fos molt petita, jugaríem amb els dos micròmetres per alinear la superfície de la micro àrea amb el camp visual de la lent . Per tal de tenir una imatge més bona, és a dir, més ben enfocada, pujaríem o baixaríem la manovella manual d'elevació.
- En tercer lloc, procediríem a introduir els paràmetres de l'assaig, *Press Load* i *Press time*. Un cop els tinguem introduïts i tinguem identificat el punt on volem fer la indentació, farem un click al botó *Change to indenter* per canviar de la lent al penetrador Vickers i seguidament farem un click al botó *Indent* per a realitzar la indentació.
- En quart lloc i després d'esperar un cert temps mentre la màquina feia la indentació, temps durant el qual no es pot tocar res, canviarem l'indentador Vickers per la lent clickant el botó *Change to Objective*. Un cop tinguem localitzada l'empremta l'únic que ens quedarà per fer és delimitar les diagonals amb els índexs.



**Fig. 2.6.** Delimitació de l'empremta mitjançant els índexs.

- En cinquè i últim lloc, si estem d'acord amb la duresa que se'ns ha calculat a partir de les diagonals i amb la forma de l'empremta, podem clickar el botó *Accept Measurements* i automàticament ens apareixeran les dades de l'assaig i la duresa en una taula com la taula de la figura 2.5.



## CAPÍTOL 3. ASSAJOS PREVIS DE MICRODURESA

### 3.1. Mostres d'alumini

Inicialment disposàvem de dos mostres identificades d'alumini Al 2024-T3 i Al 7075-T6, molt emprats a l'aeronàutica, de les quals en sabíem la seva duresa. Segons la norma UNE-EN ISO 6507-1 es realitzaran 15 mesures de duresa vàlides per mostra i es calcularà la mitja i la desviació típica. Posteriorment es compararan els resultats de duresa obtinguts de les dos mostres d'alumini amb els valors ja tabulats i mostrats a la taula 3.1. que corresponen a valors de duresa expedits des de la mateixa fàbrica.

**Taula 3.1.** Duresa de les mostres d'alumini

	Al 2024-T3_Fàbrica	Al 7075-T6_Fàbrica
Duresa	123HB	161HB

#### 3.1.1. Mostra Al 7075-T6

**Taula 3.2.** Dades de duresa i condicions d'assaig

Mesura	Press Load	t (s)	D1(μm)	D2(μm)	HV
1	19,6N	5s	139,6	137,5	193,2
2	19,6N	5s	139,6	137,8	192,8
3	19,6N	5s	139	139,5	191,2
4	19,6N	5s	137,4	138,1	195,5
5	19,6N	5s	138,5	138,9	192,8
6	19,6N	5s	139	139,8	190,8
7	19,6N	5s	139	139,8	190,8
8	19,6N	5s	139	138,7	192,4
9	19,6N	5s	137,4	137,3	196,7
10	19,6N	5s	137,6	138,9	194
11	19,6N	5s	139,6	138,4	192
12	19,6N	5s	137,9	138,9	193,6
13	19,6N	5s	136,5	138,9	195,5
14	19,6N	5s	139	138,4	192,8
15	19,6N	5s	139,6	137,5	193,2

**Taula 3.3.** Mitja i desviació típica de la duresa HV de l' Al 7075-T6

Mitja	Desviació Típica
193	1,7

Mostrem la comparació de la duresa Brinell de l' Al 7075-T6\_Fàbrica amb la mitja de la duresa Vickers de l' Al 7075-T6 a la següent taula:

**Taula 3.4.** Comparació de dureses

	Al 7075-T6_Fàbrica	Al 7075-T6
Duresa	161 HB	193 HV

Per saber si la duresa Vickers de l' Al 7075-T6 mesurada amb el microduròmetre correspon amb la duresa Brinell de l' Al 7075-T6\_Fàbrica, només cal fer la conversió d'acord amb l'estàndard ASTM E 140-07 on se'ns indica que una duresa Brinell de 160 HB correspon a una duresa Vickers de 189 HV. Per tant podem acceptar com a vàlides les mesures realitzades amb el microduròmetre.

### 3.1.2. Mostra Al 2024-T3

**Taula 3.5.** Dades de duresa i condicions d'assaig

Mesura	Press Load	t (s)	D1(μm)	D2(μm)	HV
1	19,6N	5s	143,3	150,4	172
2	19,6N	5s	147,2	151,5	166,2
3	19,6N	5s	146,6	151	167,5
4	19,6N	5s	149,4	152,7	162,6
5	19,6N	5s	150,8	152,4	161,4
6	19,6N	5s	151,4	155,2	157,8
7	19,6N	5s	152	156	156,4
8	19,6N	5s	152,8	155,2	156,4
9	19,6N	5s	152,8	150,4	161,4
10	19,6N	5s	150,5	154,3	159,6
11	19,6N	5s	151,7	152,1	160,8
12	19,6N	5s	153,6	155,2	155,6
13	19,6N	5s	150,3	154,6	159,6
14	19,6N	5s	151,1	151	162,6
15	19,6N	5s	153,7	155,7	155,6

**Taula 3.6.** Mitja i desviació típica de la duresa HV de l' Al 2024-T3

Mitja	Desviació Típica
161	4,6

**Taula 3.7.** Comparació de dureses

	Al 2024-T3_Fàbrica	Al 2024-T3
Duresa	123 HB	161 HV

Igual que en el cas anterior, per saber si la duresa Vickers de l' Al 2024-T3 mesurada amb el microduròmetre correspon amb la duresa Brinell de l' Al 2024-T3\_Fàbrica, cal utilitzar l'estàndard ASTM E 140-07 on se'ns indica que una duresa Brinell de 120 HB correspon a una duresa Vickers de 141 HV. En aquest cas la duresa mesurada amb el microduròmetre és superior a la duresa indicada des de l'empresa que va produir les plaques d'alumini. Després d'haver comprovat que la màquina estava ben calibrada caldria adquirir un nou lot de plaques d' Al 2024-T3 i fer proves de microduresa cada cert temps per tal de comprovar si es produeix un maduració a llarg termini del material a temperatura ambient.

### 3.1.3. Mostres sense etiquetar

Es disposa de un grup de mostres d'alumini sense etiquetar, i es volen classificar emprant el test de duresa. A continuació s'exposen les mitges i desviacions típiques de les dureses Vickers mesurades amb el Microduròmetre de les 4 mostres sense etiquetar d'alumini. Posteriorment es comparen amb els valors mitjos de dureses Vickers dels dos aluminis, Al 7075-T6 i Al 2024-T3, que ens serviran de referència per a poder classificar les mostres sense etiquetar en algun dels dos tipus d'alumini.

- Mostres sense etiquetar:

**Taula 3.8.** Mitja i desviació típica de la duresa HV de les mostres sense etiquetar

	Mostra 1	Mostra 2	Mostra 3	Mostra 4
Mitja	164	194	203	194
Desviació típica	4,7	2,2	2,3	2,1

**Taula 3.9.** Mitja i desviació típica de la duresa HV de les mostres etiquetades

	Al 7075-T6	Al 2024-T3
Mitja	193	161
Desviació típica	1,7	4,6

### 3.1.4. Classificació

Comparant els valors entre les taules 3.8. i 3.9. i calculant les probabilitats dels corresponents intervals de confiança mostrades a la taula 3.10. arribem a la classificació que es mostra a la taula 3.11.

**Taula 3.10.** Probabilitats

	Mostra 1	Mostra 2	Mostra 3	Mostra 4
Probabilitat Al 2024-T3	0,07	$5,79 \cdot 10^{-13}$	$6,85 \cdot 10^{-20}$	$5,79 \cdot 10^{-13}$
Probabilitat Al 7075-T6	$1,51 \cdot 10^{-64}$	0,19	$7,19 \cdot 10^{-09}$	0,19

Com es pot observar a la taula 3.10. queda bastant clar a quin interval pertanyen les mostres:

- La mostra 1 és a dins de l'interval de duresa 161-164.
- La mostra 2 és a dins de l'interval de duresa 193-194.
- La mostra 3 és a dins de l'interval de duresa 193-203.
- La mostra 4 és a dins de l'interval de duresa 193-194.

**Taula 3.11.** Classificació

Mostra 1	Mostra 2	Mostra 3	Mostra 4
Al 2024-T3	Al 7075-T6	Al 7075-T6	Al 7075-T6

Per últim, s'ha de tenir en compte que la comparació s'ha fet amb els valors de duresa obtinguts amb el Microduròmetre i no amb les valors expedits per la empresa expedidora de l'alumini.

## CAPÍTOL 4. ASSAJOS DE MICRODURESA A VIDRES METÀL·LICS

### 4.1. Vidres metàl·lics

#### 4.1.1. Introducció

Un vidre metàl·lic és una aleació metàl·lica que es forma quan es refreda ràpidament un aliatge metàl·lic fos amb l'objectiu que no acabi de cristal·litzar. Conseqüentment obtenim un material atòmicament desordenat ja que, al refredar a una velocitat elevada, provoquem que els àtoms no puguin passar a posicions més estables, obtenint així un material que manté una estructura gairebé igual a la del líquid.

És molt difícil obtenir vidres metàl·lics si ho comparem amb qualsevol altra classe de material. A més, no totes les composicions produeixen vidres metàl·lics, doncs si les fases cristal·lines són molt estables la velocitat de refredament hauria de ser massa alta pels equipaments experimentals disponibles.

El primer vidre metàl·lic que es va obtenir mitjançant tècniques de refredament ràpid va ser amb l'aleació Au<sub>80</sub>-Si<sub>20</sub> l'any 1960 amb una velocitat de refredament de 160 K/s. En aquella època només es podien obtenir mostres de vidres metàl·lics amb formes molt específiques com cintes o cables i amb gruixos per sota dels 100 µm. Des de llavors, s'han anat aconseguint altres formes com esferes o vidres metàl·lics massius "*bulks*", a més d'aconseguir obtenir mostres amb majors gruixos, sempre dintre dels marges crítics on el material pot convertir-se en vidre metàl·lic, i la reducció de les velocitats de refredament.

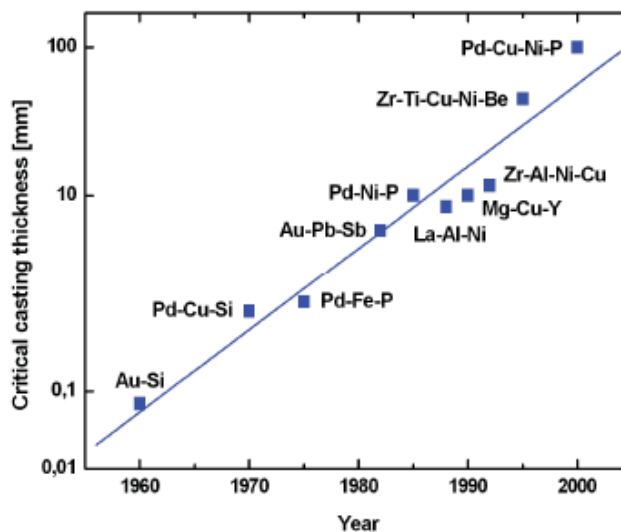
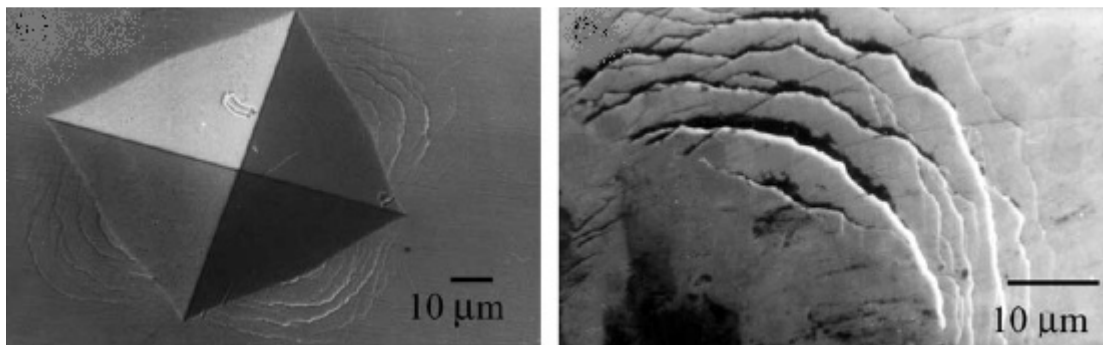


Fig. 4.1. Cronologia de les aleacions de vidres metàl·lics.

#### 4.1.2. Propietats dels vidres metàl·lics

Com ja s'ha comentat abans, la característica més notable a diferenciar de la resta d'aleacions és el desordre existent entre àtoms. Això vol dir que en aquests tipus de materials no hi ha grans ni límits de grans.

Els vidres metàl·lics sovint tenen un límit elàstic bastant més alt que els materials cristal·lins amb composicions similars. Pel contrari, la zona plàstica d'aquests materials és bastant petita; es creu que el mecanisme de deformació es produeix per l'aparició de les anomenades bandes de cisalla ja que, al no haver ordre dins de l'estructura atòmica del material no hi ha cap creació de dislocacions com passa als materials cristal·lins on són aquestes dislocacions les que permeten la seva deformació.



**Fig. 4.2.** Bandes de cisalla.

Aquestes bandes de cisalla apareixen per l'efecte de *Pile-up* del material que es mostra en forma de bandes de cisalla semicirculars.

Els vidres metàl·lics també tenen una alta resistència a la tracció i a la compressió. En alguns casos són ferromagnètics, però en aquests casos tenen una baixa coercitivitat; això fa que siguin molt adequats per aplicacions on el camp magnètic ha de canviar d'orientació amb una freqüència molt alta. En altres casos, la seva conductivitat elèctrica és molt baixa degut a la poca compactació de l'estructura i perquè en molts aliatges de vidres metàl·lics s'empenen components que no són metàl·lics.

#### 4.1.3. Aplicacions dels vidres metàl·lics

Tot i que els vidres metàl·lics encara no estan del tot desenvolupats per a entrar de ple al món industrial, ja se'ls hi donen usos per a diverses aplicacions.

Per exemple, el fet que tinguin una gran duresa i elasticitat fa d'ells un candidat perfecte per a aplicacions esportives tals com pals de golf o raquetes de tennis. A més es podrien fabricar carcasses pràcticament irrompibles per a telèfons mòbils sense necessitat de provocar un augment excessiu en els preus.

Una de les possibles aplicacions que suposaria un estalvi d'electricitat i calor, seria als nuclis dels transformadors on s'ha de canviar la orientació magnètica desenes de vegades per segon. La reducció d'aquest factor de pèrdues incrementaria considerablement la eficiència dels transformadors.

#### 4.1.4. Producció de les mostres

Les mostres de vidres metàl·lics emprats per als assajos d'aquest projecte van ser produïdes mitjançant un equip de solidificació ràpida per roda freda anomenat "*melt-spinner*".

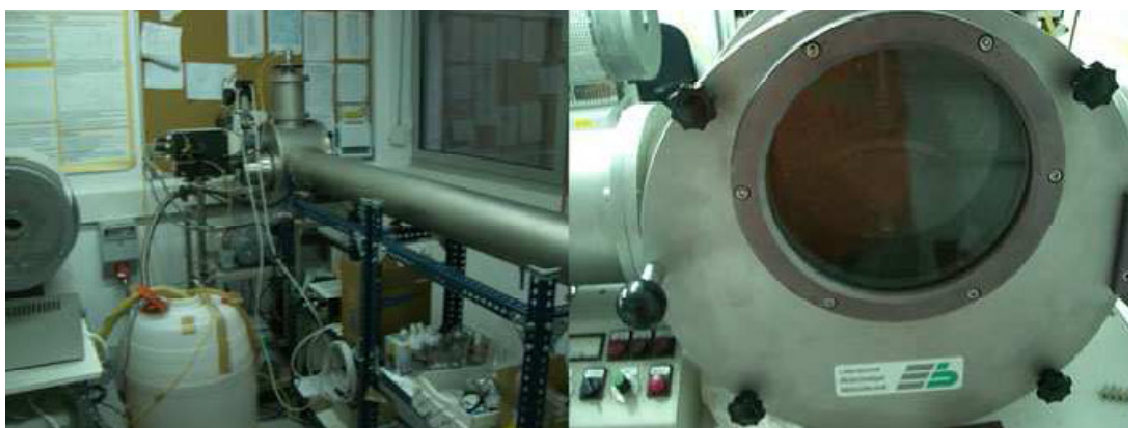


Fig. 4.3. Màquina Melt-spinner

A la tècnica del *melt-spinner* una bobina de coure escalfa per inducció un gresol en el que prèviament s'ha col·locat l'aliatge precursor. Quan l'aliatge és fos s'augmenta la pressió a l'interior del gresol, i el metall líquid surt per un petit orifici situat a la part inferior del gresol i impacta sobre una roda de coure que està girant a alta velocitat. El contacte entre el líquid fos a alta temperatura i la roda de coure a temperatura ambient refreda ràpidament el metall que solidifica en estat amorf. No es deixa temps per què els àtoms es reordenin i per tant aconseguim les cintes de vidre metàl·lic. Tot el procés es fa en atmosfera d'Argó per impedir la oxidació del metall.

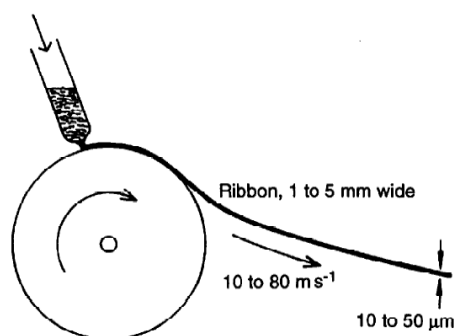
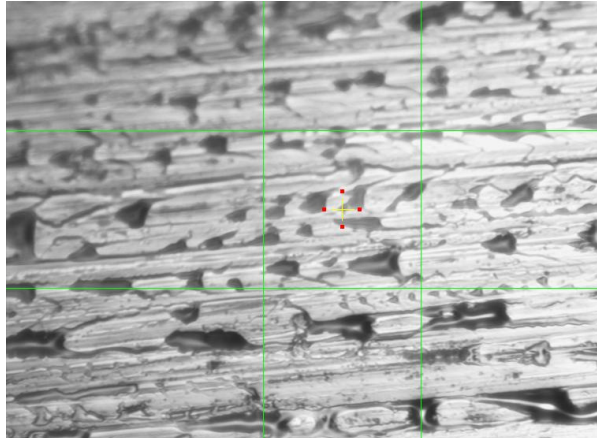


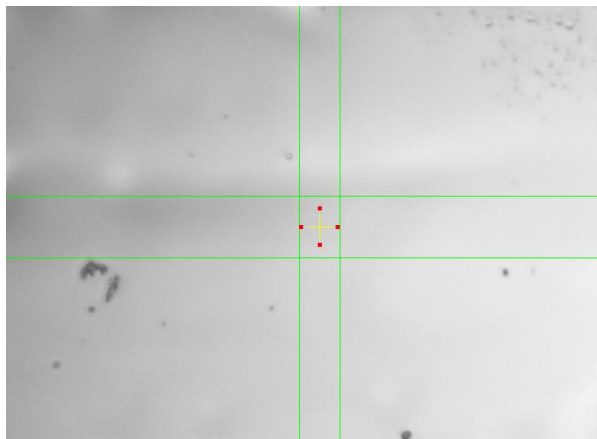
Fig. 4.4. Tècnica del Melt-spinning.

## 4.2. Abans d'assajar

A les cintes es poden diferenciar dos costats ben diferents com es pot observar a les figures 4.5. i 4.6.



**Fig. 4.5.** Costat de la cinta amb més irregularitats.



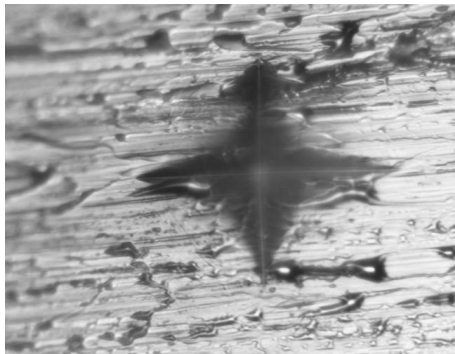
**Fig. 4.6.** Costat de la cinta amb menys irregularitats.

A la figura 4.5. s'observa el costat de la cinta de vidre metàl·lic amb més irregularitats. Aquestes irregularitats provenen del fet que és la part de la cinta que toca la roda de coure durant el procés de producció que a mesura que va girant i refredant el material, el material va gravant-se les irregularitats de la superfície de la roda de coure a sobre. A la figura 4.6. podem veure l'altra banda de la cinta que com es pot apreciar presenta un aspecte molt més net i homogeni.

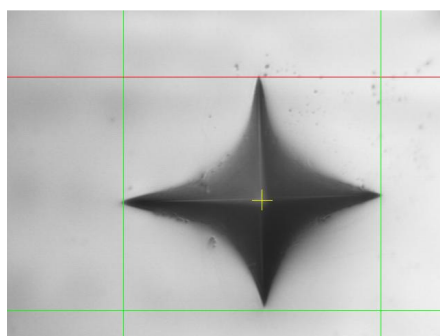
A l'hora de fer els assajos de microduresa a les cintes de vidre metàl·lic buscarem la part de la cinta lliure de les irregularitats de la roda de coure que han quedat impregnades a la cinta. Aquest és un aspecte important ja que la probabilitat que una empremta quedi molt més ben definida és més elevada a



la banda de la cinta de la figura 4.6. que no pas a la banda de la cinta de la figura 4.5. Recordem que si volem una mesura de la duresa lo més fiable possible haurem de disposar d'una empremta ben definida per tal de delimitar bé les seves diagonals.

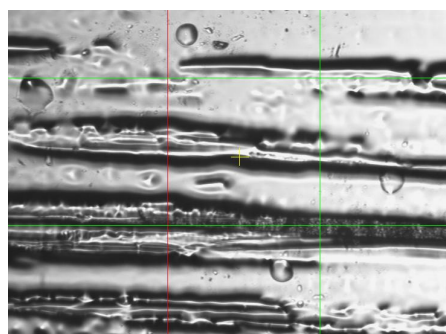


**Fig. 4.7.** Empremta a la banda amb irregularitats poc definida.



**Fig. 4.8.** Empremta a la banda sense irregularitats més ben definida.

Un cop ja tenim localitzada la banda de la cinta on farem les indentacions, procedirem a fer un anàlisi de selecció de les regions de la banda de la cinta que més ens interressi per als assajos. S'ha de tenir en compte que encara que estiguem a la part de la cinta sense irregularitats podem trobar estries o plecs com els de la figura 4.9., i també intentarem evitar aquestes regions.



**Fig. 4.9.** Regió amb plecs.

### 4.3. Assajos de microduresa

L'objectiu d'aquests assajos de microduresa és observar l'evolució de la duresa a les mostres de vidre metàl·lic amb l'augment de la càrrega aplicada durant les indentacions i amb el canvi de concentració dels components que componen les aleacions.

Per observar aquesta evolució de la duresa s'ha anat augmentant la càrrega d'indentació fins a arribar a valors de diagonals pròximes a 20 µm excepte al cas de la mostra cilíndrica de vidre metàl·lic que al ser una mostra massiva podem aplicar càrregues d' indentacions màximes.

#### 4.3.1. Efecte Hall-Petch

Tenim present que els vidres metàl·lics són diferents, en quant a estructura interna, de la resta de materials cristal·lins. Com ja s'ha comentat abans, els vidres metàl·lics no contenen grans i per tant tampoc límits de grans.

S'anomena efecte Hall-Petch l'enduriment que s'observa en metalls policristal·lins quan es redueix la mida de gra. Aquest efecte és degut a que els grans contigus tenen un límit de gra en comú i que les orientacions cristal·logràfiques dels mateixos són diferents. Al arribar al límit de gra, la dislocació es deté i per continuar la deformació ha de generar una altra dislocació, el que implica la aplicació de més energia i per tant una major resistència del material. Amb això tenim que per realitzar una deformació és necessari aplicar una càrrega més elevada.

En el nostre cas, el comportament dels vidres metàl·lics envers a la deformació que pateixen és similar que en materials cristal·lins, encara que el mecanisme de deformació no sigui el mateix. En ambdós casos, a mesura que s'augmenta la força la deformació és major. Aquesta conducta la podem expressar de la següent manera:

$$H_{teòrica} = H_0 + \frac{C}{\sqrt{d}} \quad (4.1)$$

on  $H_0$  és la duresa un cop s'ha estabilitzat a l'infinit que es veu incrementat en funció de la constant  $C$  del material i de la longitud mitja de les diagonals, obtenint així una duresa  $H_{teòrica}$ .

De manera que podem ajustar la  $H_{experimental}$  mesurada al laboratori amb la  $H_{teòrica}$  minimitzant l'error que hi ha i variant els dos paràmetres  $H_0$  i  $C$ .

Seguidament es presenten els resultats obtinguts per les mostres analitzades.

### 4.3.2. Mostra Pd<sub>x</sub>-Si<sub>16,5</sub>-Cu<sub>x</sub>

De mostres de Pd<sub>x</sub>-Si<sub>16,5</sub>-Cu<sub>x</sub> tenim 4:

**Taula 4.1.** Taula de mostres

Mostres	Composició
M1	Pd <sub>77</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6,5</sub>
M2	Pd <sub>77,5</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6</sub>
M3_Dispersió de neutrons	Pd <sub>77</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6,5</sub>
M4_Massiu	Pd <sub>77</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6,5</sub>

#### 4.3.2.1. Resultats dels assajos

A continuació es mostren els resultats de duresa Vickers obtinguts als assajos de microduresa per cada una de les mostres de la taula 4.1.

Com en el cas dels aluminis, podem tenir errors degut a la dispersió estadística entre les mesures. Per veure quin és aquest error, s'han realitzat set mesures per a cada una de les càrregues aplicades ( Press Load), s'ha fet el seu promig i calculat la desviació estàndard que és qui ens marcarà l'error de la mesura.

A la taula 4.2. es mostren els valors de les mitges i de les corresponents desviacions estàndards de les càrregues. Per a les cintes no s'han tingut en compte càrregues per sobre dels 0,4906 N.

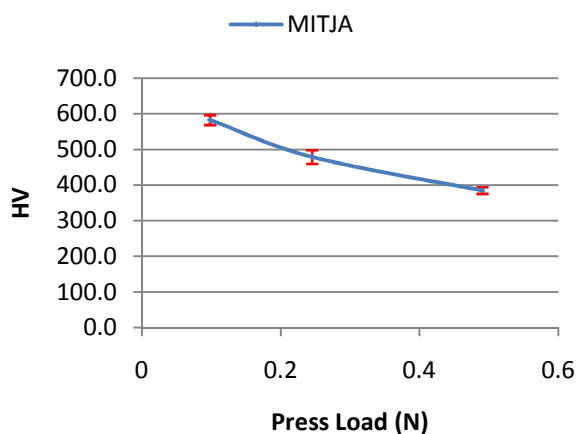
**Taula 4.2.** Dispersió estadística

Press Load (N)	M1		M2		M3		M4	
	MITJA	DES. EST	MITJA	DES. EST	MITJA	DES. EST	MITJA	DES. EST
0,09812	582,7	13,9	616,3	11,3	680,3	17,5	678,3	0
0,2453	478,9	19,1	547,5	12,5	545	6,3	652,2	4
0,4906	384,7	9,3	449,3	6,8	449,5	12,2	573,6	26,6
0,9812	-	-	-	-	-	-	561,3	8,2
1,96	-	-	-	-	-	-	534,3	8,3
2,94	-	-	-	-	-	-	522,5	13,7
4,91	-	-	-	-	-	-	495,7	0,9
9,81	-	-	-	-	-	-	475,3	2,8
19,6	-	-	-	-	-	-	459,9	0

Seria d'esperar que l'error estadístic de les mesures disminueixi en augmentar la càrrega, doncs en augmentar la càrrega aplicada i conseqüentment l'àrea sobre la que fem la mesura les possibles inhomogeneïtats de la mostra haurien de compensar-se. Observem, però, que les dades no segueixen aquesta tendència. Les mostres M1 i M2 tenen un comportament oposat a la M3, tot i

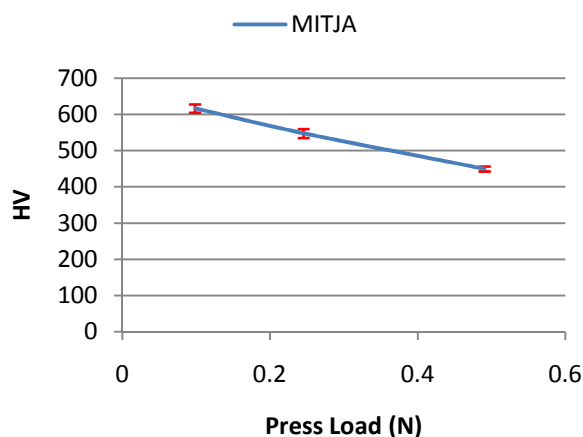
que totes elles son cintes. La mostra M4, que és una mostra massissa, presenta errors similars a les cintes, però totes les mesures fetes a la càrrega mínima i màxima són idèntiques. En el cas de la càrrega mínima això és segurament conseqüència de la resolució de l'aparell, doncs l'empremta és molt petita. En el cas de la càrrega màxima és força estrany i no disposem de cap explicació.

**M1\_Pd77-Si16,5-Cu6,5**



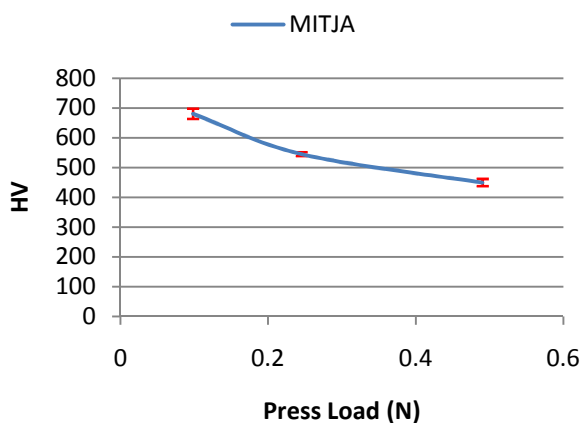
a)

**M2\_Pd77,5-Si16,5-Cu6**



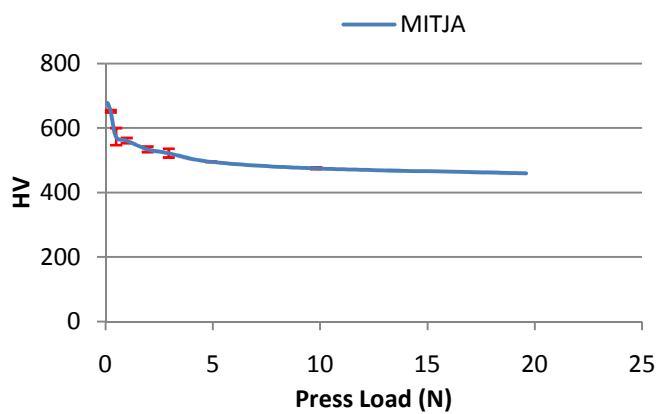
b)

**M3\_Pd77-Si16,5-Cu6,5**



c)

**M4\_Massiu\_Pd77-Si16,5-Cu6,5**



d)

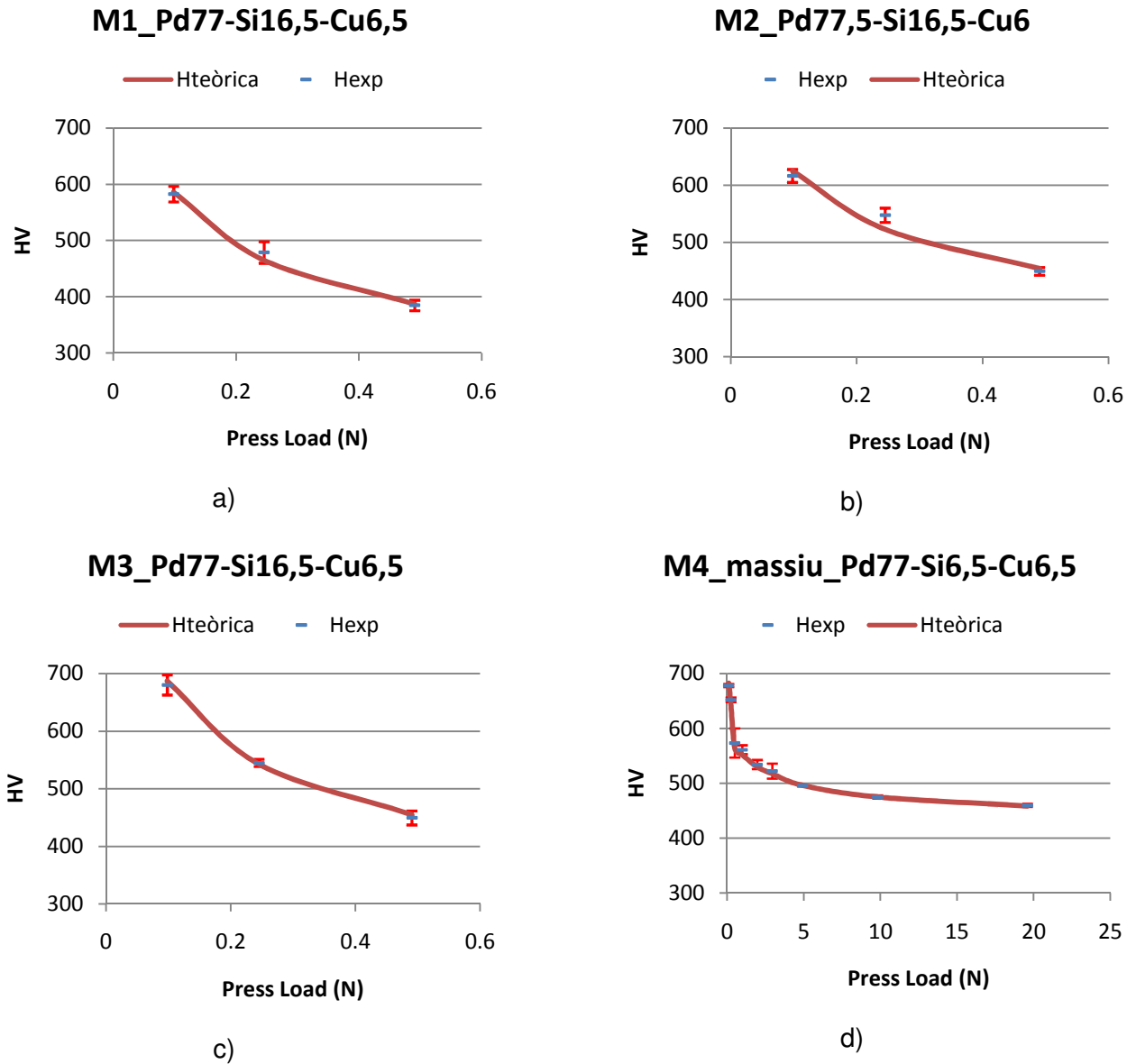
**Fig. 4.10.** Dispersió estadística de les mesures per a cada càrrega

#### 4.3.2.2. Ajust a comportament Hall-Petch

En tots els casos s'ha fet un ajust a un comportament tipus Hall-Petch, mostrant-se els resultats en la figura 4.11. Per fer l'ajust s'ha definit l'error relatiu entre el valor mesurat en cada punt ( $H_{exp_i}$ ) i el valor ajustat en el mateix punt ( $H_{teòrica_i}$ ) com

$$Err = \sum_i \left( \frac{H_{exp_i} - H_{teorica_i}}{\sigma \sigma_i} \right)^2$$

i s'ha minimitzant aquest error variant els valors de  $H_0$  i  $C$  emprant la funció solver del programa microsoft excel.



**Fig. 4.11.** a), b), c) i d) mostren els ajustos a un comportament Hall-Petch

A la taula següent es presenten els valors de les constants  $H_0$  i  $C$  de cada una de les mostres obtinguts de l'ajust a un comportament Hall-Petch:

**Taula 4.3.** Taula de valors de Ho i C

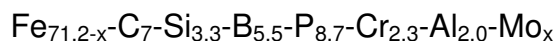
Mostres	Composició	Ho	C	Error a l'ajust
M1	Pd <sub>77</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6,5</sub>	85,12	1189,73	0,65
M2	Pd <sub>77,5</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6</sub>	175,7	1054,95	4,93
M3_Dispersió de neutrons	Pd <sub>77</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6,5</sub>	102,37	1336,26	0,46
M4_Massiu	Pd <sub>77</sub> -Si <sub>16,5</sub> -Cu <sub>6,5</sub>	371,94	816,25	12,75

A la taula 4.3. destaca l'error en l'ajust de la mostra M4, que és 3 vegades superior al de la pitjor cinta, M2. Això és degut a que en la mostra massissa les mesures son més homogènies, i per tant la desviació estàndard de cada mesura és més petita que en les cintes, i per tant no té significació estadística. Quant als valors de Ho i C per a les cintes, M1 i M3 que tenen la mateixa composició donen valors propers, amb una mitja de 93,7.

La cinta M2 presenta un valor superior a la mitja de M1 i M3, i això pot ser degut a que té una composició diferent. Sorpren, però, que un canvi de composició del 0,5 % provoqui un canvi de la duresa d'un 75%. La mostra massiva (M4\_Massiu) és la que presenta un valor més alt, quatre vegades per sobre del valor mig de les cintes M1 i M3 que tenen la mateixa composició. Hi ha dos explicacions possibles per a aquest comportament. D'una banda, es possible que en ser les cintes molt primes en aplicar el microindentador la resposta no es correspongui amb la que tindriem en un material massiu per que tota la cinta es doblega sota la càrrega aplicada. D'altra banda, se sap que els materials produïts en cinta tenen més volum lliure que els materials massissos, ja que el procés de refredament és més ràpid. Probablement ambdós efectes estan presents, segurament amb més importància el primer que el segon.

#### 4.3.3. Mostra Fe<sub>72,1-x</sub>-[...] -Mo<sub>x</sub>

Com en el cas de les mostres anteriors, en aquest assaig es comprovarà la variació de la duresa al canviar les concentracions de Fe i de Mo. Els restants components són sempre els mateixos:

**Taula 4.4.** Taula de mostres

Mostres	Composició
Mo <sub>0</sub>	Fe <sub>72,1</sub> -[...] -Mo <sub>0</sub>
Mo <sub>4,5</sub>	Fe <sub>66,7</sub> -[...] -Mo <sub>4,5</sub>
Mo <sub>6,5</sub>	Fe <sub>65,6</sub> -[...] -Mo <sub>6,5</sub>

### 4.3.3.1. Resultats dels assajos

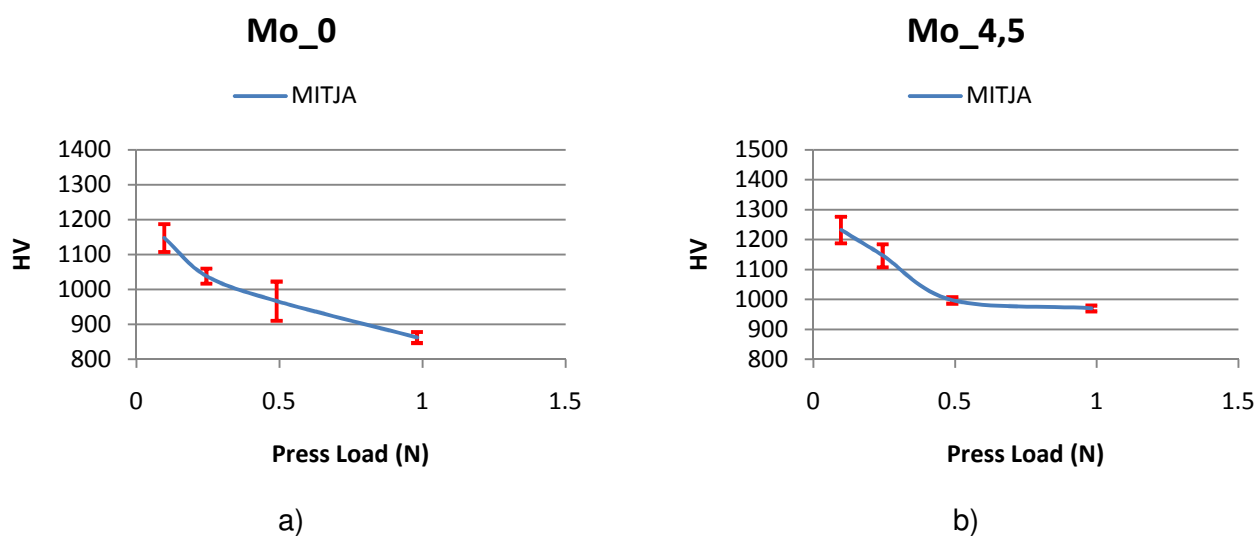
A continuació es mostren els resultats de duresa Vickers obtinguts als assajos de microdureza per cada una de les mostres de la taula 4.4.

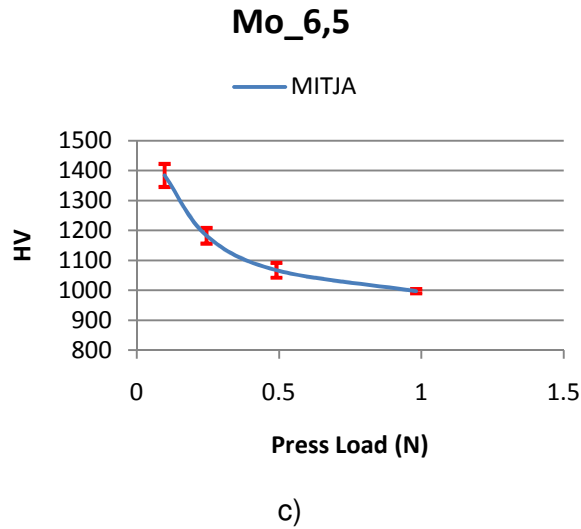
A al següent taula es mostren les dades estadístiques de la dispersió a les mesures, que es presenten també a la Figura 4.12:

**Taula 4.5.** Dispersió estadística

Press Load (N)	Mo_0		Mo_4,5		Mo_6,5	
	MITJA	DESV.EST	MITJA	DESV.EST	MITJA	DESV.EST
0,09812	1147,4	39,9	1231,8	44,4	1383,9	38,4
0,2453	1038,4	21,5	1146	38,4	1182,4	26,2
0,4906	966,6	56,1	997	11,1	1066,9	24,9
0,9812	862,4	15,8	970,2	9,7	996,9	7,1

Es pot observar que en aquest cas l'error estadístic disminueix en augmentar la càrrega com era previsible teòricament.

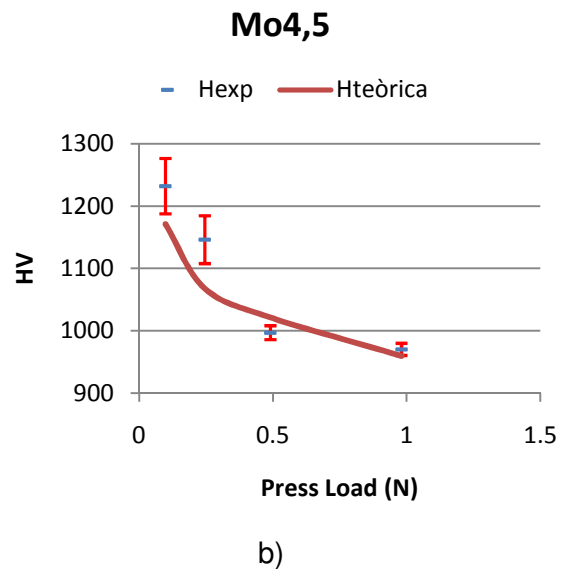
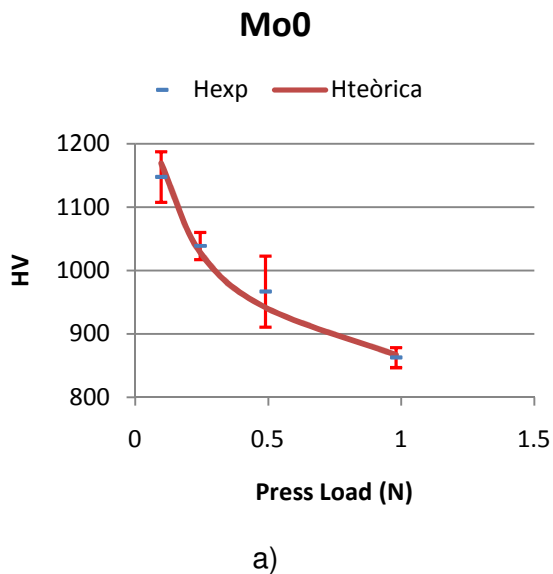




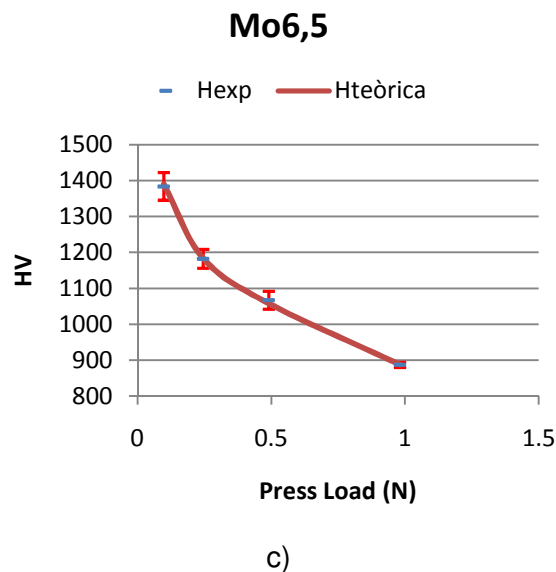
**Fig. 4.12.** Dispersió estadística de les mesures per a cada càrrega

#### 4.3.3.2. Ajust a comportament Hall-Petch

Com en el cas anterior, s'ha fet un ajust a un comportament de tipus Hall-Petch que es mostra seguidament.





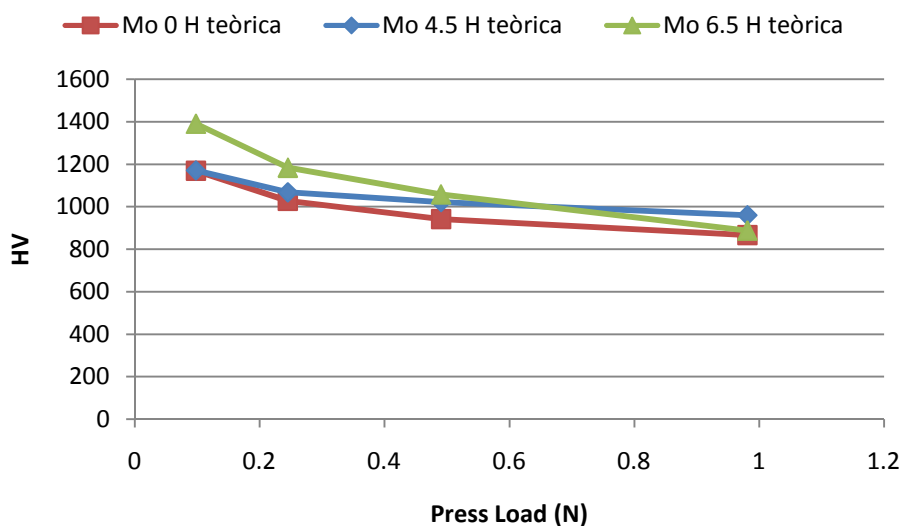


**Fig. 4.13.** a), b) i c) mostren els ajustos a un comportament Hall-Petch

A la taula 4.6. es mostren els valors de les constants  $H_0$  i  $C$  de cada una de les mostres obtinguts de l'ajust a un comportament Hall-Petch:

**Taula 4.6.** Taula de valors de  $H_0$  i  $C$

Mostres	Composició	$H_0$	$C$	Error a l'ajust
$Mo_0$	$Fe_{72,1}[\dots]-Mo_0$	536,9	1260,8	0,79
$Mo_{4,5}$	$Fe_{66,7}[\dots]-Mo_{4,5}$	721,5	879,5	12,1
$Mo_{6,5}$	$Fe_{65,6}[\dots]-Mo_{6,5}$	495,5	1717,06	0,16



**Fig. 4.14.** Augment de la duresa amb l'augment de la concentració de Mo

Com es pot observar a la taula 4.6 l'ajust de la mostra amb un 4,5% de Molibdè presenta un error força més elevat que a les altres dues, indicant que és de menor qualitat. Això també és clar a la figura 4.13, on es pot observar que mentre que a les mostres amb sense Mo i amb un 6,5% de Mo l'ajust passa per les barres d'error de la mesura, a la de 4,5% no ho fa. La figura 4.14 mostra la comparació entre els tres ajustos realitzats, on s'observa que la mostra amb un contingut de Molibdè del 4.5% és la que presenta la màxima duresa a càrregues elevades. Això és sorprenent, però coincideix amb altres resultats obtinguts amb altres tècniques experimentals. La mostra amb el 4.5% de Mo és la que mostra la millor capacitat de vitrificació i la més estable en temperatura, i per tant sembla que aquesta estabilitat estructural es reflecteix també en la seva duresa. Cal esmentar, però, que el fet que la qualitat dels ajustos no és semblant pot afectar al valor de la duresa  $H_o$ , que representa la que observariem en aplicar una càrrega infinita.

#### 4.3.4. Mostra $Cr_x$

En aquest assaig també es comprovarà la variació de la duresa al canviar la concentració de Fe i de Cr.



**Taula 4.7.** Taula de mostres

Mostres	Composició
$Cr_0$	$Fe_{65} - Cr_0 - Mo_{14} - C_{15} - B_6$
$Cr_2$	$Fe_{63} - Cr_2 - Mo_{14} - C_{15} - B_6$
$Cr_4$	$Fe_{61} - Cr_4 - Mo_{14} - C_{15} - B_6$
$Cr_6$	$Fe_{59} - Cr_6 - Mo_{14} - C_{15} - B_6$

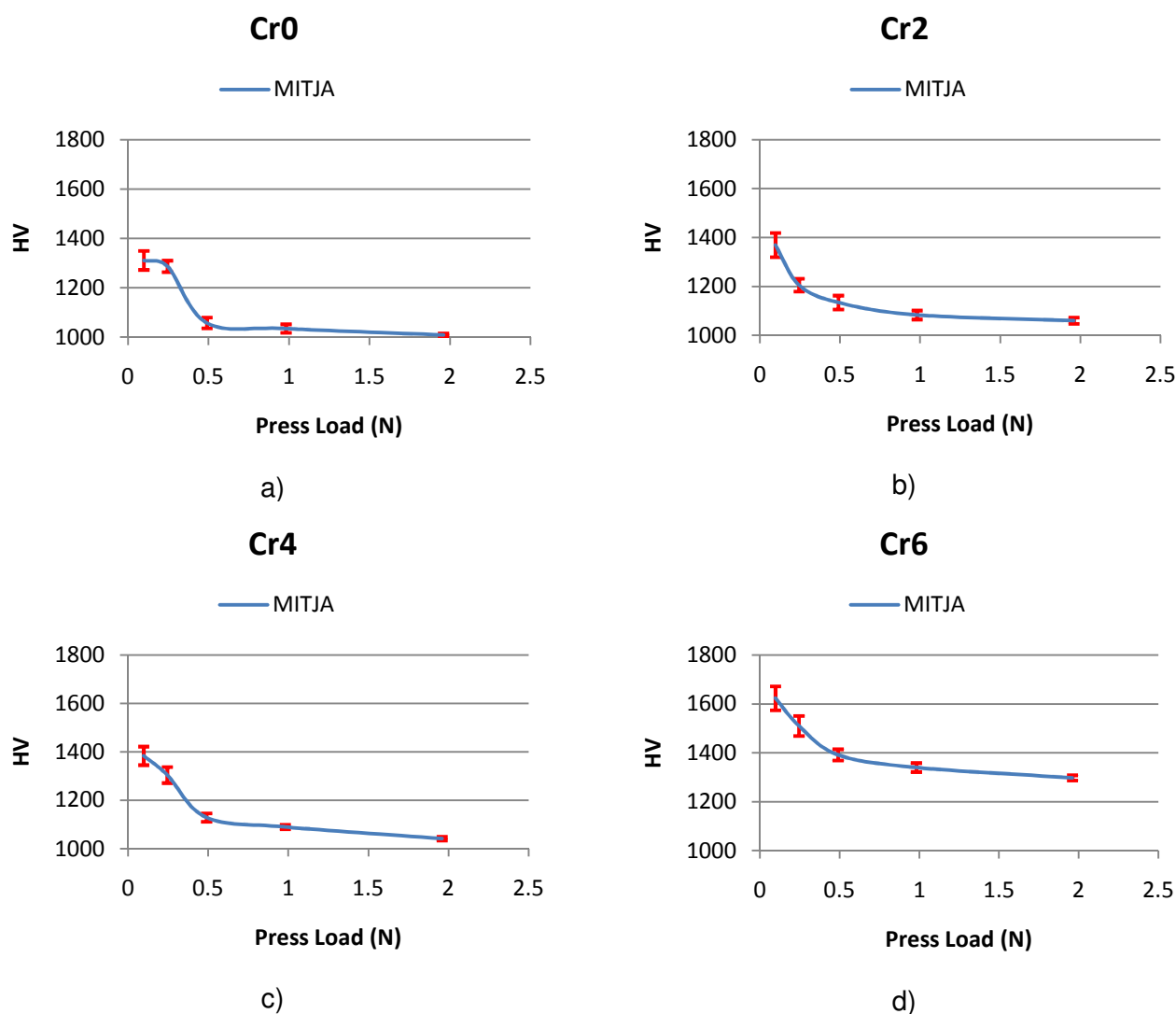
##### 4.3.4.1. Resultats dels assajos

A continuació es mostren els resultats de duresa Vickers obtinguts als assajos de microduresa per cada una de les mostres de la taula 4.7.

Igual que per les mostres de Mo, s'ha fet un estudi de la dispersió de les mesures per a cada una de les càrregues, que es presenta a la Taula 4.8.:

**Taula 4.8.** Dispersió estadística

Press Load (N)	Cr0		Cr2		Cr4		Cr6	
	MITJA	DES.EST	MITJA	DES.EST	MITJA	DES.EST	MITJA	DES.EST
0,09812	1311,3	38,4	1369,4	49,6	1383,9	38,4	1623,2	48,8
0,2453	1287	23,3	1205,5	26,2	1304,6	32,9	1510,0	41,0
0,4906	1057,8	21,8	1134,1	28,3	1128,9	17,2	1391,6	23,0
0,9812	1035,2	17,3	1083,2	18,4	1089,7	8,7	1340,0	18,4
1,96	1009,5	5,6	1059,9	12,6	1041,9	7,6	1297,6	10,5

**Fig. 4.15.** Dispersió estadística de les mesures per a cada càrrega

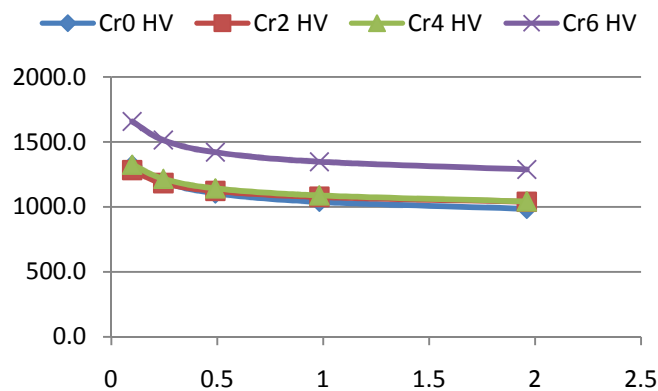
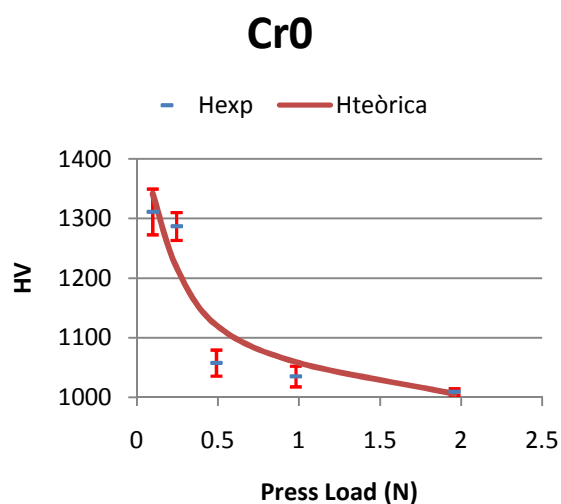
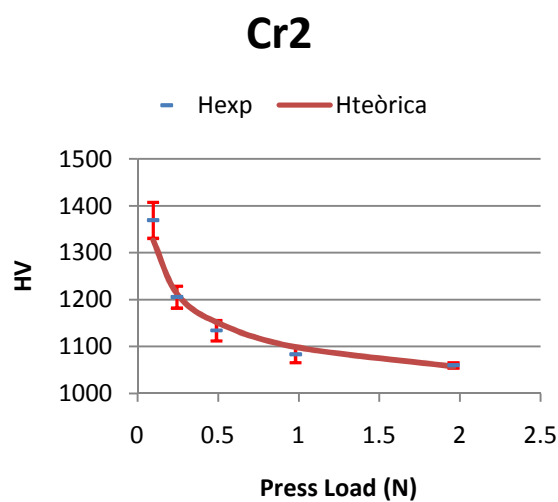


Fig. 4.16. Augment de la duresa amb l'augment de la concentració de Cr

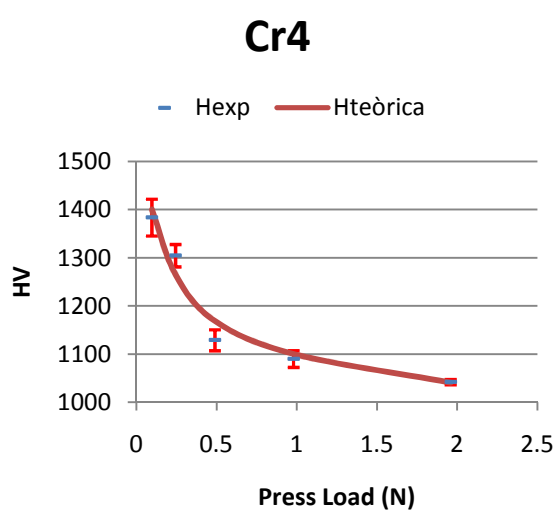
#### 4.3.4.2. Ajust a Hall-Petch



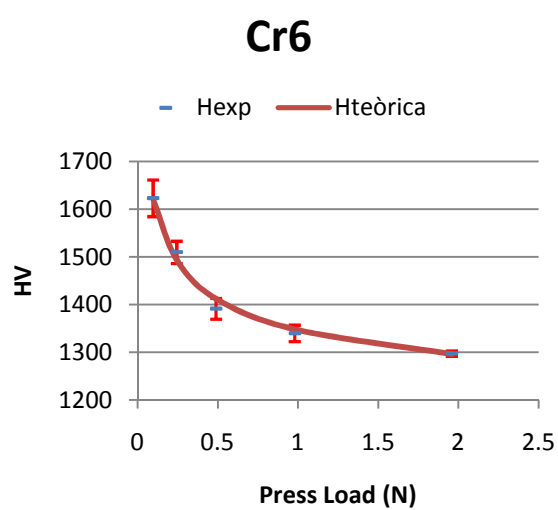
a)



b)



c)



d)

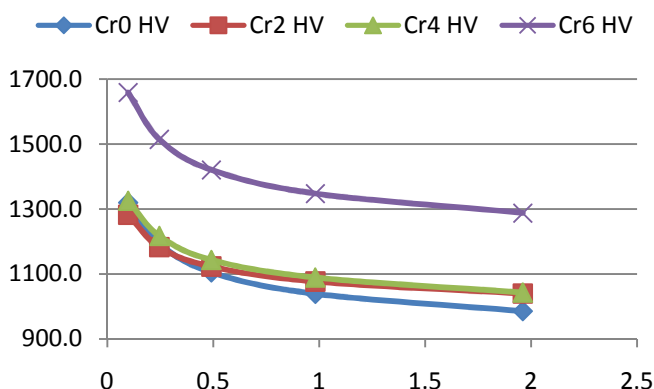
**Fig. 4.17.** a), b), c) i d) mostren els ajustos a un comportament Hall-Petch

A la taula 4.9. es mostren els valors de les constants Ho i C de cada una de les mostres de Cr obtinguts de l'ajust a un comportament Hall-Petch:

**Taula 4.9.** Taula de valors de Ho i C

Mostres	Composició	Ho	C	Error a l'ajust
Cr <sub>0</sub>	Fe <sub>65</sub> -Cr <sub>0</sub> -Mo <sub>14</sub> -C <sub>15</sub> -B <sub>6</sub>	737,6	1174,9	20,1
Cr <sub>2</sub>	Fe <sub>63</sub> -Cr <sub>2</sub> -Mo <sub>14</sub> -C <sub>15</sub> -B <sub>6</sub>	843,36	924,74	3,05
Cr <sub>4</sub>	Fe <sub>61</sub> -Cr <sub>4</sub> -Mo <sub>14</sub> -C <sub>15</sub> -B <sub>6</sub>	745,89	1278,44	6,89
Cr <sub>6</sub>	Fe <sub>59</sub> -Cr <sub>6</sub> -Mo <sub>14</sub> -C <sub>15</sub> -B <sub>6</sub>	1032,75	1083,65	1,68

Per a les mostres de Cr observem també que al augmentar la concentració de crom a les aleacions, al ser un element dur, fa que el material millori aquesta propietat. De fet, de totes les mostres de vidre metàl·lic assajades, les mostres amb crom són de les més dures. Com s'observa a la taula 4.9., la mostra que presenta el valor de duresa més elevat és aquella amb un contingut de Cr del 6% a més de tenir una qualitat en l'ajust millor que la resta de mostres. Tot i així, com en el cas de les mostres de Molibdè, la qualitat en general dels ajustos és bastant diferent entre mostres fet que pot afectar al valor de Ho. A la figura 4.16. es pot observar que per a concentracions de 0%, 2% i 4% la duresa augmenta suaument. Però si comparem aquestes tres concentracions amb la mostra que té major concentració de Cr es pot veure que sí que hi ha un increment important als valors de duresa.



**Fig. 4.18.** Augment de la duresa amb l'augment de la concentració de Cr

## CAPÍTOL 5. CONCLUSIONS

Un dels objectius d'aquest treball ha sigut saber manejar el microduròmetre realitzant diversos assajos. Els primers assajos van ser de prova per tal d'agafar un criteri a l'hora de prendre les mesures de duresa. La resta d'assajos han estat el segon objectiu d'aquest projecte i han servit per estudiar la duresa i el seu comportament en vidres metàl·lics.

Primer de tot es va fer una revisió dels mètodes més emprats per a mesurar microdureses. Seguidament, es va passar a inspeccionar la màquina. Per comprovar la seva fiabilitat i conèixer el software, es va començar amb assajos a mostres de les quals ja teníem dades de la seva duresa. Va ser en aquest moment on es va haver de calibrar el microduròmetre ja que les dades obtingudes no eren les especificades. Un cop calibrat, les mesures del microduròmetre va permetre classificar sense ambigüitat mostres d'aliatges d'alumini que no estaven prèviament identificades.

Un cop ja estava calibrada la màquina, es van tornar a realitzar els assajos preliminars als vidres metàl·lics. Amb aquests assajos vam sistematitzar la mesura mitjançant un criteri de selecció de les empremtes residuals que quedaven després de les indentacions.

A partir d'aquí, es va començar amb lo que seria el segon objectiu d'aquest projecte. L'objectiu era conèixer la resposta de les mostres de vidre metàl·lic sota assajos de microduresa. Fins ara, la majoria d'estudis d'aquest tipus de material, s'havia realitzat amb assajos de nanoindentació. Aquesta va ser la raó fonamental per la que es va adquirir un microduròmetre, doncs les mesures de nanoindentació son d'una dimensió tan petita que resulta difícil saber si son representatives del comportament global del material.

Els resultats obtinguts han permès determinar la duresa de les cintes de vidres metàl·lics, mostrant també, però, les limitacions de la tècnica. La principal és deguda al reduït gruix de les cintes, que limita les càrregues aplicables a valors per sota dels 3 N.

Finalment, s'ha comprovat que el comportament de la duresa per petites càrregues segueix qualitativament un comportament tipus Hall-Petch. Tanmateix, s'ha pogut determinar el comportament de la duresa dels vidres metàl·lics en funció del canvi en la concentració d'alguns dels seus components, en particular Mo i Cr.

En l'aspecte personal, ha sigut el projecte que més m'ha apropat al món de la investigació. M'ha permès veure'm en un camp completament nou per a mi ja que ha estat totalment desenvolupat al laboratori i he tingut la oportunitat d'agafar més confiança a l'hora de treballar amb equips i a adoptar un mètode de treball dins del món dels laboratoris. A més a més, crec que els vidres metàl·lics obriran les portes a moltes millores en molts sectors de la indústria,

---

inclosa la indústria aeronàutica, quan s'aconsegueixin produir peces de vidre metàl·lic amb unes dimensions més grans de les que s'obtenen avui dia.

## BIBLIOGRAFIA

- Articles:

- [1] Ramamurty U., Jana S., Kawamura Y., Chattopadhyay K., "Hardness and plastic deformation in a bulk metallic glass", *Acta Materialia*, vol. 53, 705-717 (2005).
- [2] Shi Y., Falk M.L., "Simulations of nanoindentation in a thin amorphous metal film", *Thin solid films*, vol. 515, 3179-3182 (2007)
- [3] Burgess T, Ferry M., "Nanoindentation of metallic glasses", *Materials today*, vol. 12, 24-32 (2009)
- [4] Roy J., Begley M. R., Gangloff R. P., Agnew R., "Effect of aging on scale-dependent plasticity in aluminum alloy 2024", *Material Science Engineering*, vol. 333, 435-436 (2006)

- Pàgines web:

- [5] <http://www.scribd.com/>
- [6] <http://www.gordonengland.co.uk>
- [7] <http://www.twi.co.uk>
- [8] <http://www.calce.umd.edu>
- [9] <http://www.solociencia.com>