

Resumen

El objetivo principal de este proyecto es estudiar los mecanismos de deformación y de fractura de consolidados de hierro de grano ultrafino y nanocristalino.

Este estudio se realizara mediante las herramientas experimentales siguientes: microscopía electrónica de barrido, ensayos con carga uniaxial (tracción y compresión), ensayos de microdureza, análisis de fractura, medidas de compacidad.

Para cumplir con el objetivo propuesto se plantea desarrollar las siguientes actividades:

- Variar la temperatura de los tratamientos térmicos posteriores para obtener diferentes características metalúrgicas en los consolidados.
- Realizar pruebas de compresión con diferentes tasas de deformación realizando paradas intermedias para determinar la evolución de la deformación.
- Realizar pruebas de microtraccion con diferentes velocidades de deformación y estudios posteriores de la superficie de fractura.
- Establecer la aplicación de las relaciones metalograficas como Hall-Petch y Coble en los materiales estudiados.

Se pretende predecir el comportamiento mecánico y el modo de fractura de tales consolidados de hierro confirmando los modelos ya existentes.

Índice

RESUMEN	1
ÍNDICE	2
1 PRÓLOGO	5
2 INTRODUCCIÓN	7
2.1 Origen del proyecto	7
2.2 Motivación del proyecto	7
2.3 Objetivos del proyecto	7
3 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	9
3.1 Relación deformación-endurecimiento	9
3.1.1 Materiales policristalinos	9
3.1.2 Cristalografía	9
3.1.3 Deformaciones y dislocaciones	11
3.1.4 Mecanismos de endurecimiento	13
3.2 Obtención de polvos UFG	14
3.2.1 Características mecánicas	14
3.2.2 Uso y aplicación	14
3.2.3 Molienda mecánica (MM)	15
3.3 Consolidación	16
3.3.1 Compactación en frío	17
3.3.2 Compactación en caliente	17
3.4 Crecimiento de grano por tratamientos térmicos	18
3.5 Dureza Vickers	18
3.6 Resistencia a la compresión	19
3.7 Fractografía	19
3.7.1 Fractura dúctil	20
3.7.2 Fractura por clivaje	21
3.7.3 Fractura intergranular	25
4 PARTE EXPERIMENTAL	27
4.1 Aparatos utilizados	27
4.1.1 Prensa hidráulica manual	27
4.1.2 Máquina de ensayo universal Instron 4507	27
4.1.3 Horno de radiación	28
4.1.4 Microdurómetro	29
4.1.5 Balanza de precisión	30
4.1.6 Horno tubular	30
4.1.7 Cortadora por electro erosión	31



4.1.8	Máquina de ensayo de tracción.....	33
4.1.9	Máquina de ensayo universal Instron 5585.....	33
4.2	Molienda mecánica	34
4.3	Consolidación	35
4.3.1	Llenado del molde.....	35
4.3.2	Compactación en frío	37
4.3.3	Compactación en caliente	37
4.3.4	Extracción.....	38
4.4	Caracterización de las probetas.....	39
4.4.1	Desbaste y pulido.	39
4.4.2	Medición de la dureza	40
4.4.3	Determinación de la compacidad.	41
4.4.4	Microscopia electrónica de barrido.....	41
4.4.5	Integridad superficial de las probetas de tracción.	42
4.4.6	Análisis de imágenes y estimación del porcentaje en carbono	45
4.5	Tratamientos térmicos.....	48
4.6	Ensayos de compresión.....	48
4.7	Pruebas de tracción.....	51
4.7.1	Protocolo.....	51
4.7.2	Ensayo preliminar.	52
5	RESULTADOS NUMÉRICOS E INTERPRETACIONES	55
5.1	Medida del tamaño de grano.	55
5.1.1	Estudios anteriores mediante TEM.	56
5.1.2	Estudios mediante SEM.....	58
5.1.3	Microestructura inicial.....	61
5.2	Evolución de la microestructura con varias tasas de deformación.....	64
5.2.1	Ensayos de compresión.....	65
5.2.2	Valores del ensayo.	65
5.2.3	Análisis de la microestructura a diferentes grados de deformación.	66
5.3	Test de tracción.	67
5.3.1	Probetas compactadas a 460°C.....	68
5.3.2	Probetas compactadas a 500°C.....	69
5.3.3	Comparación respecto al acero F-115 de referencia.	70
5.3.4	Discusión sobre los resultados de los ensayos de tracción.....	71
5.4	Fractografía	71
5.4.1	Discusión sobre la fractografía.	79
	CONCLUSIONES	81
	AGRADECIMIENTOS	83

BIBLIOGRAFÍA

85



1 Prólogo

Importantes estudios dentro del campo de la producción y caracterización de materiales con estructura de grano UFG y NC han llevado a la creación de técnicas variadas para obtenerlos, ya sea por vía química como la condensación en gas inerte y las técnicas de cristalización o por mecano-síntesis como la molienda mecánica (ball milling), ECAP (equal channel angular pressing), SPTS (severe plastic torsion straining) y ARB (accumulated roll-bond). Muchos de ellos solo son aplicables en pequeñas cantidades de material y en muchos casos solo aplicables a películas delgadas y recubrimientos, y no a muestras masivas de materiales.

Considerando lo simple que es la técnica de la molienda mecánica MM y el bajo costo que esta implica, se ha convertido en la mejor ruta para producir suficientes cantidades de material con tamaño de grano nanométrico y ultrafino. Con este método ya se han llegado a obtener metales puros, intermetálicos y mezclas de diferentes metales con grano nanométrico; siendo precisamente este método el que se ha escogido para la realización del proyecto.

2 Introducción

2.1 Origen del proyecto

Se sabe que el refinamiento de grano ofrece a los metales características mecánicas especiales, haciéndoles tener un desempeño sobresaliente en aplicaciones de ingeniería. La obtención de materiales con grano ultrafino UFG (Ultra Fine Grain) y nanométrico NC (nanocrystalline) cuyos tamaños son respetivamente entre 100 y 1000 nm y inferiores a 100 nm se ha convertido en un tema de sumo interés en estos últimos años. Dentro de los aspectos relevantes que hacen tan atractivos a este tipo de materiales se tiene la presencia de propiedades poco comunes como la posibilidad de presentar comportamiento superplástico a temperaturas relativamente bajas y altas velocidades de deformación, característica importante si nos referimos a procesos de conformado. Por otro lado su mejora en el comportamiento mecánico tanto en tenacidad como en resistencia. Al considerar que pueda tener validez la relación de Hall-Petch en el campo submicrométrico se podría dar por cierto que la dureza y resistencia mecánica del material debe aumentar, puesto que esta relación está directamente asociada al tamaño de grano.

2.2 Motivación del proyecto

Relativamente pocas investigaciones han sido realizadas sobre muestras masivas de materiales con estructura de grano UFG y NC, la principal dificultad consiste en producir muestras con el tamaño suficiente y la compacidad necesaria para realizar ensayos mecánicos con el ánimo de desarrollar unas bases firmes para plantear modelos constitutivos. Así surge esta investigación con el objetivo fundamental de obtener y caracterizar metales con estructura de grano UFG y NC mediante procesos de severa deformación plástica como la molienda mecánica. Se busca comprender los mecanismos de deformación mediante análisis de ensayos mecánicos de compresión y tracción que llene la limitada y a veces contradictoria información que esta área del conocimiento aun posee.

2.3 Objetivos del proyecto

El objetivo de trabajo aquí será el de relacionar las características mecánicas de las probetas con los mecanismos de deformación observados mediante micrografías. Por eso, se estudiara la evolución de la morfología micro-estructural a diferentes tasas de deformación, se estudiará también la deformación observada con distintas temperaturas de tratamiento térmico mediante ensayos de tracción.

3 Fundamentos teóricos

A continuación se exponen las bases teóricas necesarias para una buena comprensión de los mecanismos microestructurales que están al origen de este trabajo.

3.1 Relación deformación-endurecimiento

Para entender el mecanismo de endurecimiento por reducción del tamaño de grano, es importante entender la relación entre el movimiento de las dislocaciones y el comportamiento mecánico de los metales; por ello es necesario definir una serie de conceptos que ayudarán a entender mejor el proyecto que presentamos a continuación.

3.1.1 Materiales policristalinos.

La mayoría de los sólidos son un conjunto de muchos cristales o pequeños granos. A estos materiales se les llama policristalinos. Cuando un material solidifica se producen las siguientes etapas de solidificación:

- 1) Aparecen pequeños cristales o núcleos en distintas posiciones. Estos núcleos tienen orientaciones cristalográficas al azar.
- 2) Los granos pequeños crecen porque se les adhieren átomos de líquido sub-enfriado.
- 3) Los extremos de granos adyacentes interactúan entre sí al finalizar la solidificación. Existe irregularidad de la disposición atómica en la región donde se unen dos granos, a esta zona se le llama límite de grano.

Los materiales sólidos se pueden clasificar según la regularidad con que se sitúan los átomos. En los materiales cristalinos, los átomos se colocan según un patrón tridimensional repetitivo, donde cada átomo se enlaza con el que tiene a su lado. Los metales, como es el caso que nos ocupa, adquieren estructuras cristalinas en condiciones normales de solidificación. Esta estructura es especialmente importante, porque algunas de las propiedades de los materiales en estado sólido, dependen de ella.

3.1.2 Cristalografía

La mayoría de los metales más corrientes cristalizan en una de las tres estructuras cristalinas siguientes: cúbica centrada en las caras, cúbica centrada en el cuerpo y hexagonal compacta. Para describir estas estructuras conviene dividir las en pequeñas entidades, que se repiten, llamadas celdillas unidad, las cuales representan la simetría de la

estructura cristalina. Normalmente se trata de paralelepípedos o prismas con tres pares de caras paralelas.

Las más corrientes son:

a) Cúbica centrada en las caras (FCC): Los átomos se localizan en los vértices del cubo y en los centros de todas las caras del cubo. Cristalizan en esta estructura el cobre, aluminio, plata y oro.

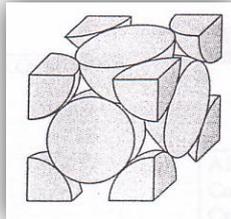


Figura 3.1-1 Estructura Cúbica centrada en las caras

b) Cúbica centrada en el cuerpo (BCC): Esta es la estructura más interesante para nosotros ya que el hierro presenta esta estructura además del cromo, tungsteno, entre otros. Se sitúan 8 átomos en los vértices y uno en el centro del cubo.

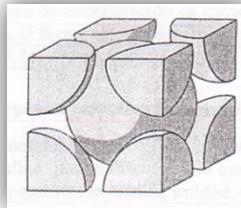


Figura 3.1-2 Estructura Cúbica Centrada en el Cuerpo

c) Hexagonal compacta (HC): Las bases son hexágonos regulares con sus átomos en los vértices y uno en el centro. Además existe otro plano intermedio que cuenta con 3 átomos adicionales.

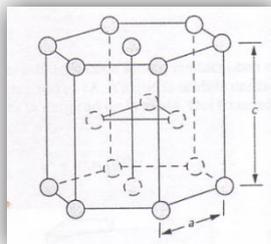


Figura 3.1-3 Estructura Hexagonal Compacta



3.1.3 Deformaciones y dislocaciones

Hasta ahora se ha considerado que los materiales cristalinos presentan un ordenamiento perfecto de sus átomos. Sin embargo un sólido tan ideal no existe; todos poseen un gran número de defectos de índole variada. De hecho, estas imperfecciones nos ocupan, ya que muchas de las propiedades de los materiales son muy sensibles a estos defectos. Se considerará que existe un defecto cristalino cuando las irregularidades en la red tienen dimensiones del orden de un diámetro atómico.

Existe una clasificación de las imperfecciones cristalinas según su geometría: defectos de punto, defectos de línea y los interfaciales. Los más interesantes son los defectos de línea o dislocaciones, tratados a continuación con más detalle.

Una dislocación es un defecto lineal o unidimensional en torno a algunos átomos desalineados. Existen varios tipos de dislocaciones, que se detallan a continuación:

a) Dislocación de cuña: Existe un semiplano de átomos de más, que no ocupa una posición clara. Este semiplano se puede mover y ocupar la posición de cualquier otro, transformando de esta manera la estructura. Existe un plano de deslizamiento, que es el plano sobre el cual la dislocación se puede mover.

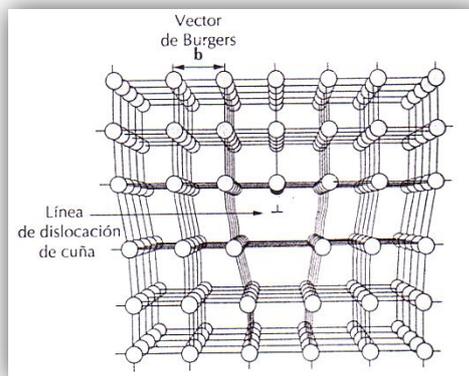


Figura 3.1-4 Dislocación de cuña

b) Dislocación helicoidal: Se forman al aplicar un esfuerzo de cizalla sobre el material, la parte superior del cristal se desliza una unidad atómica a la derecha respecto a la parte inferior.

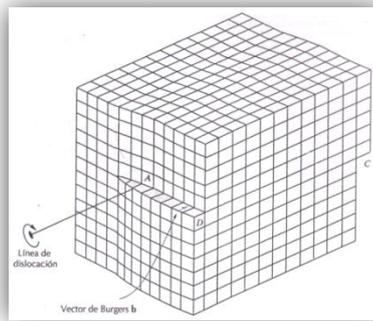


Figura 3.1-5 Dislocación helicoidal

c) Dislocaciones mixtas: Son las que aparecen con mayor frecuencia en materiales cristalinos. Este tipo de dislocación presenta componentes de dislocaciones helicoidales y de cuña.

La magnitud y la dirección de las distorsiones se expresan mediante el vector de Burgers, designado por b . La naturaleza de una dislocación viene dada por las orientaciones relativas de la línea de dislocación y por el vector de Burgers; en una dislocación de cuña son perpendiculares y en una de tipo helicoidal son vectores paralelos. En una dislocación mixta no son ni perpendiculares ni paralelos.

La existencia de dislocaciones permite el deslizamiento de planos con una tensión aplicada menor. La deformación plástica aparece como resultado del movimiento de un gran número de estas dislocaciones.

Las tensiones aplicadas generan deslizamientos entre los planos atómicos transmitiéndose a cada grano, generando en cada uno de ellos una fuerza interna; o lo que es lo mismo, un estado tensional. Pues bien, si esta tensión interna o tensión de cizalla es lo suficientemente grande como para mover el átomo de su posición, se produce la llamada deformación plástica. Si existen dislocaciones, para obtener la misma deformación plástica, se necesita una tensión de cizalla mucho menor.

La capacidad de un metal para deformarse plásticamente depende de la capacidad de las dislocaciones para moverse y facilitar el deslizamiento de planos. Puesto que las propiedades mecánicas (dureza y resistencia del material) están relacionadas con la facilidad con la cual la deformación plástica puede ocurrir, la resistencia mecánica se puede aumentar reduciendo la movilidad de las dislocaciones, es decir, serán necesarias mayores fuerzas mecánicas para iniciar la deformación plástica.



3.1.4 Mecanismos de endurecimiento

Existen diversos factores que permiten el endurecimiento de los materiales policristalinos:

a) Endurecimiento por solución sólida, este método se basa en alea los materiales con átomos de impurezas que forman soluciones sólidas sustitucionales o intersticiales. Estos átomos de impurezas “anclan” las dislocaciones evitando que avancen endurecimiento el material.

b) Endurecimiento por deformación, se trata de un fenómeno por el cual un metal dúctil se hace más duro y resistente a medida que es deformado plásticamente. Se denomina también acritud o endurecimiento por trabajo en frío.

c) Endurecimiento por reducción del tamaño de grano, este método se basa en el hecho de que los granos contiguos poseen un límite de grano común y que las orientaciones cristalográficas de los mismos son distintas. Al llegar al límite de grano, la dislocación se detiene y para continuar la deformación se debe generar otra dislocación, lo que implica la aplicación de más energía y por tanto una mayor resistencia del material. El límite de grano actúa como una barrera al movimiento de las dislocaciones por dos razones:

1. Dado que los granos tienen orientaciones distintas, una dislocación que pasara a otro grano tendría que cambiar la dirección de su movimiento. Este efecto es más difícil cuanto mayor sea la diferencia de orientación de los granos.

2. El desorden atómico dentro del límite de grano producirá una discontinuidad de los planos de deslizamiento de un grano a otro.

El hecho de que se frenen las dislocaciones provoca que para llevar a cabo una deformación sea necesario aplicar una fuerza mayor. Por tanto un material con grano fino será más duro y más resistente que un material con un grano más grueso.

Este comportamiento se define mediante la expresión de Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (\text{Ec. 3.1.4-1})$$

Donde el límite elástico inicial σ_0 se ve incrementado en función de una constante k_y del material y el diámetro medio del grano d , obteniendo así el nuevo límite elástico σ_y .

Todas las técnicas de refuerzo o endurecimiento se basan en el siguiente principio; la restricción y el impedimento del movimiento de las dislocaciones convierten el material en más duro y resistente.

3.2 Obtención de polvos UFG

Existen diferentes técnicas para obtener materiales de grano ultra fino (UFG) por vía mecánica, son los llamados procesos de Severa Deformación Plástica (SPD) entre los cuales se encuentran la molienda mecánica (ball milling), Presión por canal angular constante (ECAP), torsión a alta presión (HTP), extrusión torsional (Twist Extrusion) unión por laminación acumulada (Accumulated Roll-Bond) y forja multidireccional (Multidirectional Forging). En esta memoria se presenta la técnica de molienda mecánica por haber sido la utilizada para la obtención del polvo de grano ultra fino.

3.2.1 Características mecánicas

El objetivo fundamental de los procesos de severa deformación plástica (SPD) es la obtención de estructuras de grano UFG que ofrece a los materiales mejoras excepcionales en las características mecánicas. La excepcional combinación de alta resistencia y alta ductilidad primero fue observada en cobre y titanio gracias a los trabajos de Valiev y luego extendida a otros metales puros y aleaciones. Estos estudios han revelado que esta combinación de alta resistencia y alta ductilidad se consigue por las muy especiales características estructurales de estos materiales tales como los estados de no equilibrio en los límites de grano, la posibilidad de distribución bi-modal de los límites de grano y la presencia de nanopartículas de una segunda fase, dando lugar a la presencia de nuevos mecanismos de deformación en materiales nanoestructurados sólidos como el deslizamiento de límites de grano a bajas temperaturas y la presencia de dislocaciones parciales y gemelos. Esta mejora simultánea de resistencia y ductilidad es responsable también de la marcada mejora de resistencia a la fatiga y tenacidad a la fractura de estos materiales.

3.2.2 Uso y aplicación

El campo de aplicación para materiales UFG en masa alcanza varios sectores donde las propiedades mecánicas (alta resistencia, alta relación resistencia-peso, excelente vida a fatiga) son críticas. Formalmente hay un amplio interés en aplicaciones como la industria aeroespacial, transporte, equipos médicos, productos deportivos, piezas para la industria química y alimenticia, electrónica y el sector militar.



La tecnología PDS exclusiva de la investigación a escala de laboratorio esta siendo tenida en cuenta y entendida hacia su potencialidad en aplicaciones tecnológicas. Esta evolución está siguiendo dos vías principales, primero la amplia investigación del comportamiento estructural y mecánico en metales puros y aleaciones UFG de interés industrial; y segundo el creciente interés en el desarrollo de métodos de procesamiento viables en términos de fiabilidad y factibilidad económica.

3.2.3 Molienda mecánica (MM)

La molienda consiste en introducir las partículas de polvo en los recipientes del molino, además de las bolas. El molino tiene diferentes variables que permiten cambiar las condiciones de las moliendas.

Este aparato produce un movimiento rotacional-translacional en unos recipientes que contienen polvo de hierro y unas bolas que tienen la función de moler el polvo. De esta manera, las bolas ejercen sobre el polvo unos esfuerzos que son los que deforman severamente las partículas de polvo y que por tanto, reducen el tamaño de grano de las mismas.

Dada la gran superficie que poseen las partículas de polvo se deberá conservar los polvos en atmósfera inerte, para que no reaccionen con el entorno.

Sin embargo, el proceso mediante en cual se produce la reducción del tamaño de grano hasta escala nanométrica de metales de una sola fase, es en la actualidad, un proceso en fase de estudio. Pese a ello, está claro que la severa deformación es la más importante y directa razón por la que se obtiene nanoestructura. Existen teorías que afirman que el proceso elemental para la nanocristalización incluye:

- 1) Inicialmente, la deformación está localizada en las zonas de cizalla llevándose a cabo una formación muy densa de dislocaciones, con un nivel de tensión atómica mayor del 3%.
- 2) A un cierto nivel de tensión, las dislocaciones se eliminan y se recombinan para producir límites de grano de ángulo pequeño, formando así subgranos en tamaño nanométrico.
- 3) Finalmente, la orientación de los granos es completamente aleatoria.

Para obtener la reducción del tamaño de grano hasta dimensiones nanométricas es necesario someter al polvo a un proceso de deformación prolongado, sobre todo para que las propiedades sean homogéneas en todas las partículas.

El molino cuenta con una serie de diferentes variables, que modificándolas, es posible cambiar las condiciones de la molienda, pudiendo jugar así con las diferentes pruebas.

Las variables de la molienda, son las siguientes:

- a) Número de bolas: Cuantas más bolas se introducen en el recipiente, el tiempo de molienda se reduce para un mismo objetivo, además de obtener grano más fino que con menos cantidad de bolas.
- b) Relación de bolas – polvo: Esta condición se modifica al introducir un peso u otro de material a moler. Si se aumenta la cantidad del polvo, se está reduciendo esta relación, y por tanto, la efectividad de la molienda queda reducida.
- c) Velocidad de giro: Al aumentar la velocidad de giro, se reduce el tiempo de molienda y se aumenta la obtención de polvo de fracción fina. Sin embargo, aumentando demasiado la velocidad de giro, se corre el riesgo de que los recipientes, las bolas y el material se calienten en exceso.
- d) Tipo de ciclo: El molino utilizado permite la opción de poder alternar tiempos de molienda en si, es decir que el molino gira, y tiempos de refrigeración, en la que el molino permanece parado y se activa la ventilación del aparato. Un período de molienda y uno de refrigeración, forman un ciclo. Se puede variar el tiempo de cada uno de los períodos, determinando así el tiempo neto de molienda dentro de cada ciclo.
- e) Número de ciclos: Es lógico que si se aumenta el número de ciclos, el tiempo total de molienda resulta incrementado y por tanto la deformación y la reducción del tamaño de grano.
- f) Tamaño del polvo: Se puede variar el tamaño de la partícula de polvo introducida. Teóricamente, la reducción del tamaño de grano se produce desde el exterior del grano hasta el interior. Si se introduce en el molino, polvo de tamaño de partícula más pequeño, lo que se consigue es que esa transformación se realice más rápida y homogéneamente.

3.3 Consolidación

Cuando se obtiene el polvo de tamaño de grano nanométrico es conveniente consolidarlo, ya que en la industria y demás mercados un metal en polvo, por muy buenas propiedades mecánicas que tenga, no es útil.



3.3.1 Compactación en frío

El proceso consiste en introducir los polvos en un molde con la posterior compresión en frío a una presión elevada consiguiendo un producto compactado de tal manera que se puede manipular sin desmoronarse. La presión aplicada al polvo provoca una reorganización de las partículas, reduciendo considerablemente el volumen de poros e incrementando el número de puntos de contacto entre las partículas de polvo. A medida que se incrementa la presión, las partículas de polvo se ven deformadas plásticamente, aumentando así la superficie de contacto entre las partículas y reduciendo aun más el volumen de poros. El hecho de que la superficie de contacto entre las partículas sea cada vez mayor provoca la aparición de unas fuerzas de atracción interatómicas que producen una cohesión que da al polvo compactado una buena resistencia.

La compresión a la que se somete el polvo dentro del molde en los procesos convencionales, puede llegar a las 5 toneladas aproximadamente por cada cm² de material. Esta operación tiene una vital importancia ya que permite determinar la densidad del material y también controlar su uniformidad con el simple hecho de variar la presión de la prensa.

Para conseguir una homogeneidad adecuada en el compacto se incorpora al polvo un lubricante que además hace disminuir los rozamientos laterales, se trata de la cera EBS (C₃₉H₇₄N₂O₂). Este lubricante se elimina en el transcurso del proceso de compactación en caliente.

3.3.2 Compactación en caliente

La compactación a temperatura ambiente (frío), que es el método convencional, limita la densificación de los polvos debido a la acritud que el trabajo en frío introduce en los mismos no permitiendo al polvo deformarse dejando muchos huecos entre partículas. Este inconveniente se elimina compactando en una matriz que se calienta a temperaturas cercanas a la de recristalización de los polvos metálicos. En esta etapa se provoca un aumento de la superficie de contacto entre las partículas llegando a la eliminación de los poros en el compacto, de manera que las partículas se fusionan entre ellas y lo que eran los bordes de las partículas son ahora límites de grano. Los productos elaborados con polvos metálicos por prensado en caliente, que desde luego, presentan grandes posibilidades, tienen una mayor densidad, mejores propiedades físicas (resistencia a tracción y dureza), superiores características para las operaciones posteriores (recubrimiento y mecanizado) y mayor uniformidad.

Las limitaciones o desventajas de la compactación en caliente son:

- 1) La facilidad de oxidación del polvo, lo que se previene empleando una atmósfera inerte, hasta que la pieza esté a temperatura ambiente.
- 2) El control dimensional queda seriamente dificultado ya que el compacto cambia ligeramente de dimensiones.
- 3) La velocidad de compactación es muy lenta.

3.4 Crecimiento de grano por tratamientos térmicos

Los materiales endurecidos por trabajo en frío poseen excelentes propiedades tanto de dureza como de resistencia mecánica, presentando generalmente valores relativamente bajos de ductilidad. Si bien, estas propiedades y cambios en la microestructura pueden recuperar los valores previos a la deformación en frío mediante la aplicación de tratamientos térmicos.

Estos fenómenos de restauración se producen básicamente por tres procesos distintos que tienen lugar a temperaturas elevadas. Durante el fenómeno de recuperación, las dislocaciones sufren movimientos liberándose así tensiones internas almacenadas durante la deformación en frío. Lógicamente esta capacidad de movimiento permite que el número de dislocaciones se vaya reduciendo. La recristalización consiste en la aparición de nuevos granos libres de deformación, orientados en una misma dirección y con baja densidad de dislocaciones. Durante este proceso las propiedades mecánicas alteradas durante el trabajo en frío son restauradas a sus valores iniciales, reduciéndose la dureza y resistencia mecánica del material y aumentando su ductilidad. La extensión de este proceso depende tanto del tiempo de aplicación del tratamiento como de la temperatura aplicada.

Después de este fenómeno y sin ser necesario que venga precedido por la restauración y recristalización, los granos nuevos libres de deformación y tensiones internas residuales continúan creciendo si el material se mantiene a alta temperatura. Es entonces cuando se produce un crecimiento del tamaño de grano. Este crecimiento se produce por una migración de las fronteras de grano produciéndose difusión de corto alcance de los átomos de un límite de grano a otro.

3.5 Dureza Vickers

Es una prueba por penetración, en la cual se usa una máquina calibrada para aplicar una carga compresiva predeterminada (en nuestro caso 200 g), con un penetrador piramidal de diamante de base cuadrada. Esta máquina aplica la carga perpendicularmente a la



superficie del material. Esta carga es mantenida durante 15 segundos. Como resultado del ensayo, después de retirar la carga, en la superficie del material queda una huella cuadrada. Para conocer la dureza se miden las diagonales de la huella resultante, y la máquina calcula dicha dureza según la fórmula siguiente:

$$H_V = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (\text{Ec. 3.5-1})$$

Donde F es la fuerza asociada a la carga aplicada, y d es el promedio de las diagonales.

3.6 Resistencia a la compresión

En un ensayo de compresión, a diferencia de los ensayos de tracción, la probeta debe endurecer constantemente puesto que no existen fenómenos de estricción. Debido a la fragilidad que los compactos producidos por pulvimetalurgia presentan habitualmente, es normal la presencia de roturas parciales que suponen disminuciones en los valores de tensión. Este periodo de deformación con tensiones descendientes debe considerarse como “inestable” y no representa el comportamiento de deformación del material.

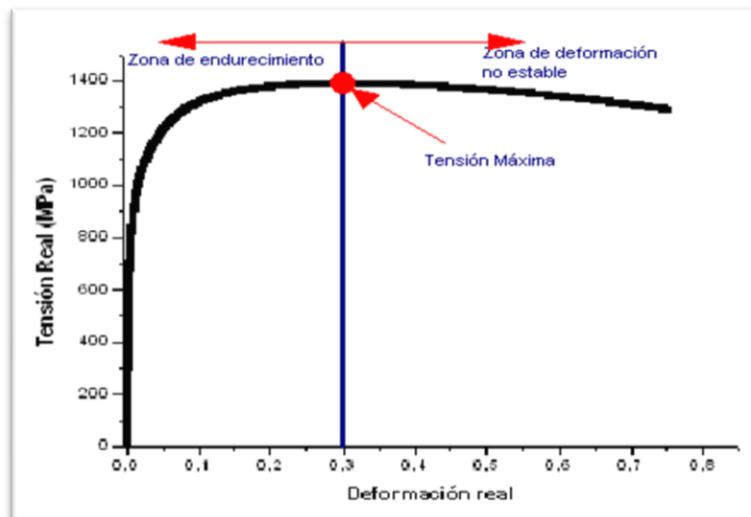


Figura 3.6-1 Ejemplo de zona de deformación inestable

3.7 Fractografía

Los distintos tipos característicos de superficies de fracturas, conocido como Fractografía, son clasificados en cuatro modos de fractura: fractura dúctil, clivaje transgranular, fractura intergranular, fractura de fatiga. Sin embargo, ya que en este proyecto no se trató de ensayos de fatiga, no se describirá la morfología de esas fracturas.

3.7.1 Fractura dúctil

La fractoténacidad de un material está relacionada con su capacidad de deformar plásticamente y absorber energía durante el proceso de fractura por el mecanismo de deslizamiento de dislocaciones. Esta deformación plástica puede variar con cada microestructura y estado de tensiones, pero en todos los casos presenta una superficie de fractura fácilmente reconocible mediante las técnicas fractográficas modernas. Ópticamente se caracteriza por una superficie más bien opaca, y observada a mayores aumentos en un microscopio electrónico, está caracterizada por pequeñas depresiones o cavidades (dimples) que son la resultante de la coalescencia de microcavidades iniciadas alrededor de inclusiones, partículas o discontinuidades que originan una concentración de tensiones y un aumento local de la deformación plástica. Durante el proceso de deformación las microcavidades existentes crecen bajo las tensiones existentes en el extremo de la fisura. Finalmente las paredes o ligamentos que separan estas microcavidades se rompen, resultando una superficie de fractura con depresiones semiesféricas o semielipsoidales denominadas simplemente “cavidades” ver Fig.1.

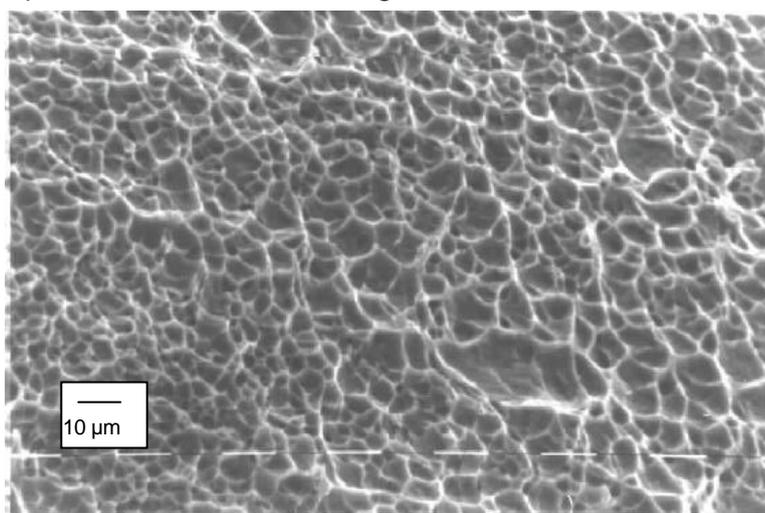


Figura 3.7-1 Fractura dúctil de un acero de bajo carbono. Se notan las cavidades (dimples) que son la resultante de la coalescencia de microcavidades iniciadas alrededor de inclusiones, partículas o discontinuidades que originan una concentración de tensiones y un aumento local de la deformación plástica.

Tanto el diámetro como la profundidad de las cavidades depende del número de sitios donde se puedan iniciar las microcavidades originales, y por supuesto de la plasticidad de la matriz. Una aleación que contenga un gran número de partículas dispersas presentará una mayor densidad de cavidades que un metal puro sin aleantes. En este último caso existen menos sitios de nucleación de microcavidades y en la superficie de fractura se



observan entonces menos cavidades pero de mayores dimensiones. En un acero estructural es común observar una cavidad grande originada por una inclusión rodeada de una distribución de cavidades más pequeñas resultante de microcavidades nucleadas alrededor de pequeños precipitados, Fig.2. La forma y profundidad de estas cavidades depende del tamaño y distribución de las microcavidades originales, de la tensión aplicada (tracción, corte, desgarramiento) y por supuesto de la fractotenicidad del material. Así por ejemplo cuando la fractura se produjo por tracción simple, las cavidades son equiaxiadas, como se muestra en la Fig.1. Cuando la fractura se produce por tensiones de corte, como en todo borde dúctil a 45° de la superficie principal de rotura, las cavidades son más bien parabólicas y tienen sentidos opuestos en las dos superficies. En un desgarramiento por tracción las cavidades son también elongadas pero tienen el mismo sentido en ambas superficies y apuntan hacia el origen de la rotura. En este caso es inmediata la determinación del origen de la falla.

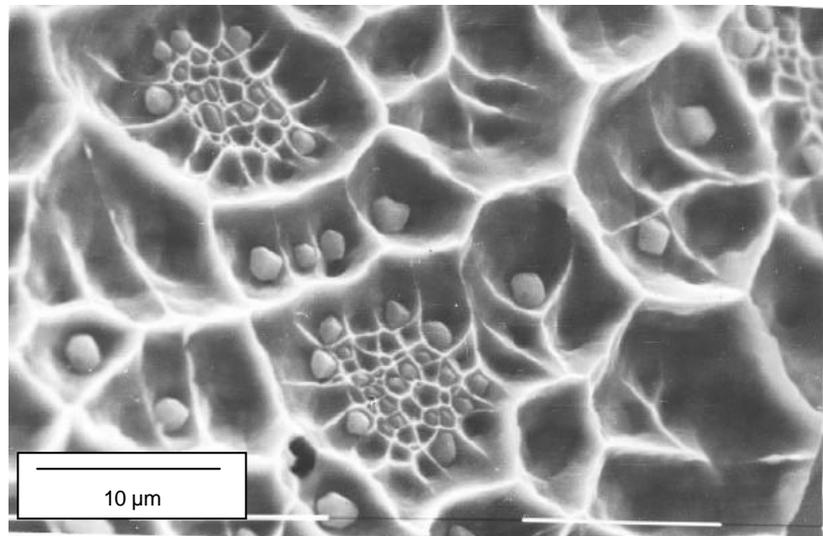


Figura 3.7-2 Fractura dúctil a alta temperatura de un acero estructural. Una aleación que contiene un gran número de partículas dispersas presenta una mayor densidad de cavidades que un metal puro sin aleantes.

3.7.2 Fractura por clivaje

El clivaje es el mecanismo responsable de la mayoría de las roturas frágiles. Se produce por la separación de planos cristalográficos bien definidos, característicos de cada estructura. Por ejemplo en la mayoría de los metales cúbicos de cuerpo centrado los planos de clivaje son de la familia $\{100\}$. En materiales policristalinos las superficies de fractura originadas por clivaje están constituidas por facetas planas, cada una de ellas correspondiente a una familia de planos de clivaje de los granos cristalinos. La alta reflectividad óptica de estas facetas es la que caracteriza macroscópicamente una fractura

frágil. Pero la presencia de clivaje no indica necesariamente una alta fragilidad del material. Algunos materiales dúctiles pueden presentar superficies de clivaje bajo sollicitaciones de tracción. Las condiciones necesarias para una rotura por clivaje dependen del material particular y del tipo de carga. En general puede ocurrir clivaje bajo altas tensiones triaxiales, altas velocidades de deformación, y por supuesto a temperaturas por debajo de la transición dúctil-frágil. Se observa clivaje en metales y aleaciones bcc y hcp. Es más difícil una rotura por clivaje en materiales fcc dada la multiplicidad de sistemas de deslizamiento y la gran movilidad de dislocaciones. Pero en algunos casos pueden aparecer facetas con los rasgos característicos del clivaje en una fractura inducida por un ambiente corrosivo. Desde el punto de vista cristalográfico, y dado que la separación se produce según planos cristalográficos, debería esperarse una superficie con facetas totalmente planas como resultado de una fractura por clivaje. Pero las distintas imperfecciones cristalinas, precipitados, bordes de grano, influyen sobre la propagación de una fisura por clivaje y alteran entonces la regularidad de las facetas. Resulta así una superficie característica con rasgos fractográficos fácilmente identificables en una micrografía electrónica, Fig.3. En efecto, una rotura por clivaje avanza por medio de la propagación simultánea de fisuras sobre planos paralelos entre si, correspondientes a una misma familia cristalográfica. Cuando estas fisuras se superponen o se acercan suficientemente, se unen a través de un escalón, A medida que se propaga la fisura los escalones se unen para formar escalones más pronunciados. Observado en el microscopio electrónico, el conjunto se asemeja al de los ríos de una cuenca, y por ello se denominan "ríos de clivaje" (river patterns). Un conjunto de ríos dentro de un grano cristalino corresponde entonces a los escalones entre planos de clivaje pertenecientes a una misma familia cristalográfica. Estos escalones son normalmente planos de clivaje secundario y su altura está relacionada con el ángulo que forma el eje de tracción con los planos de clivaje del grano considerado. Cuando la fisura alcanza otro grano cristalino, cambia la geometría de los nuevos ríos. En el caso de un borde de bajo ángulo, los escalones pueden continuar en el segundo grano. Pero si la desorientación es mayor, normalmente se forman escalones nuevos. Los ríos de clivaje pueden también originarse en dislocaciones de hélice. En estos casos la altura del escalón aumenta a medida que se propaga la fisura.



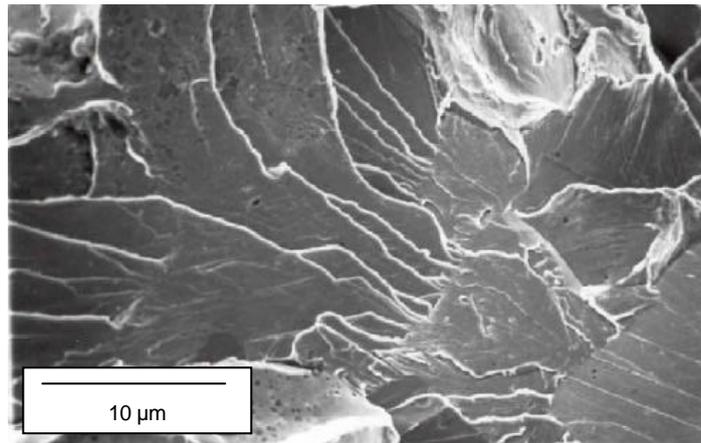


Figura 3.7-3 Fractura por clivaje. Se pueden observar los característicos “ríos de clivaje” (river patterns). Un conjunto de ríos dentro de un grano cristalino corresponde a escalones entre planos de clivaje pertenecientes a una misma familia cristalográfica. Los ríos convergen según el sentido de propagación en cada grano cristalino.

La formación de escalones se debe entonces a uno o más de los siguientes factores:

- intersección del plano principal de clivaje con dislocaciones de hélice.
- fisuración secundaria.
- deformación y estrechamiento entre dos ramificaciones de la fisura principal.

Dado que son varios los procesos que afectan la formación de escalones, se observa una gran variedad de formas de escalones y ríos de clivaje. Los escalones formados por fisuración secundaria aparecen claramente definidos. Pero escalones asociados a una gran deformación local, aparecen más gruesos y menos definidos. La microestructura del material también influye en la forma de los ríos. En un acero de bajo carbono con estructura perlítica las fisuras se propagan en los planos de clivaje de la ferrita bcc a través de las colonias de perlita. Pero en un acero con estructura de martensita revenida se observan pequeñas facetas de clivaje de dimensiones correspondientes a las de las agujas martensíticas (cuasiclivaje).

Los escalones y los ríos son así característicos del proceso de fractura por clivaje. Una primera observación de estos rasgos permite determinar la dirección local de propagación de la rotura, dado que los ríos convergen en la dirección de propagación en cada grano cristalino. Pero es necesario tener en cuenta que la dirección local no coincide necesariamente con la dirección macroscópica de propagación de la rotura. En granos vecinos pueden existir direcciones no paralelas, indicando que la propagación en un medio cristalino se produce a través de la fractura simultánea de granos individuales en distintas

direcciones. La resultante de estas fracturas es la que constituye el frente de propagación de la rotura macroscópica.

Muchos materiales de alta resistencia fracturan por otro mecanismo, compuesto principalmente por clivaje con alguna coalescencia de microcavidades, denominado cuasi clivaje, Fig.4. Este es el caso de aceros martensíticos templados y revenidos donde la superficie de fractura frágil muestra también facetas, pero no tan definidas como en los casos de clivaje mencionados. Las primeras observaciones de este tipo de fractura no pudieron identificar a estos planos como de clivaje, aún cuando se observaron algunos ríos característicos. Actualmente está comprobado que las facetas corresponden a planos cristalográficos del tipo $\{100\}$. Además en el proceso de rotura por cuasi clivaje, la fractura se origina dentro de las facetas, existiendo entonces una diferencia con el mecanismo de clivaje en el cual la separación de planos se origina en los bordes de los planos. El cuasi clivaje puede observarse también en materiales que normalmente no tienen planos activos de clivaje, en aceros inoxidable austeníticos, en la fractura bajo medios corrosivos, o bajo estados de tensión triaxial.

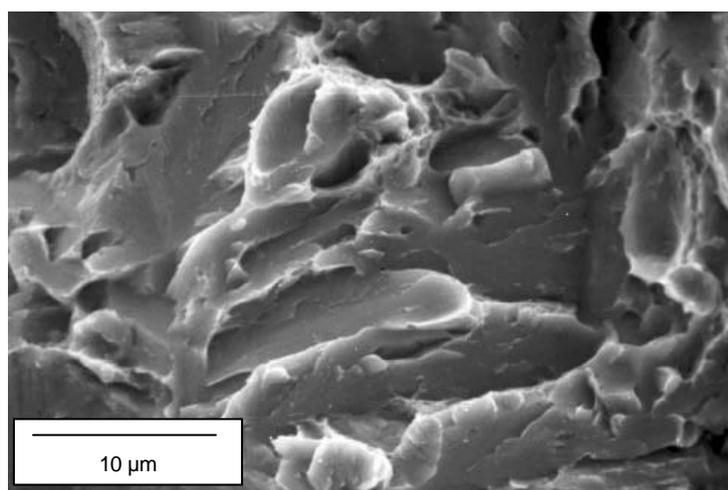


Figura 3.7-4 Aspecto típico de una superficie de cuasi clivaje de un acero martensítico templado y revenido. En el proceso de rotura por cuasi clivaje, la fractura se origina dentro de las facetas. Las dimensiones de las pequeñas facetas corresponden a las de las agujas martensíticas.

Una característica del mecanismo de rotura por cuasi clivaje es que la fractura se va produciendo por delante del frente de la fisura principal. Las facetas producidas se van uniendo luego por desgarramiento y coalescencia de microcavidades. Es de destacar que en una rotura por clivaje no se observan estos bordes de desgarramiento entre los ríos de clivaje.



3.7.3 Fractura intergranular

Macroscópicamente la fractura intergranular se presenta como una superficie brillante, pero con un brillo menor que la fractura por clivaje. La fragilización intergranular de un metal puede ocurrir como resultado de un conjunto de procesos que afectan directamente el límite de grano y que convierte a estas zonas en la zona más débil de toda la estructura cristalina. En estos casos la fisura se nuclea y se propaga rápidamente a lo largo de las superficies intergranulares. En una micrografía electrónica, la morfología de las superficies de fractura resultantes es fácilmente identificable por el aspecto facetado que revela las formas exteriores de los granos cristalinos. En la Fig.5 se muestra un ejemplo típico de fractura intergranular donde se puede observar la forma de los granos del material, así como algunas regiones de fractura dúctil. También se observan fisuras secundarias, que corresponden a la descohesión de granos en planos perpendiculares a la superficie de la rotura principal.

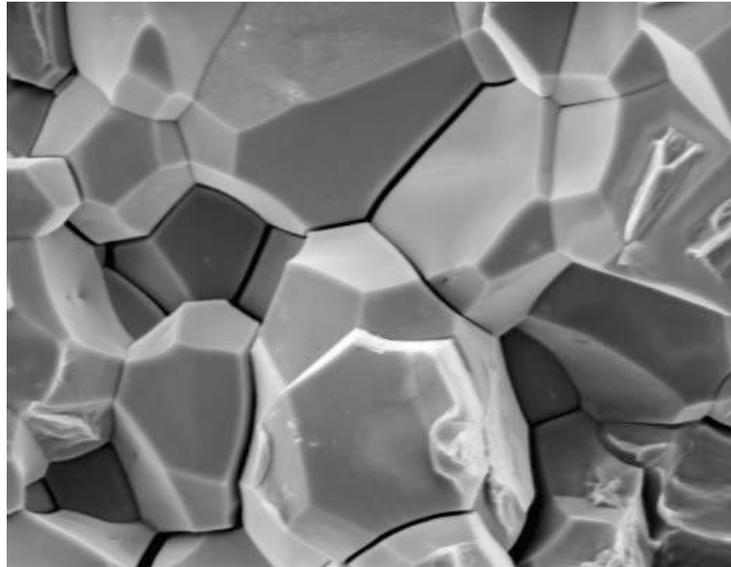


Figura 3.7-5 Fractura intergranular de una muestra de titanio traccionado en una solución de yodo en metanol. Se notan claramente los distintos granos descohesionados, la forma de los granos del material, así como algunas pequeñas regiones de fractura dúctil. También se observan fisuras secundarias, que corresponden a la descohesión de granos en planos perpendiculares a la superficie de la rotura principal. $M = 500 \times$.

De acuerdo a la morfología específica de la superficie de los granos, se pueden distinguir dos casos típicos. Cuando la fractura se produce por descohesión de los granos cristalinos y la superficie de grano es totalmente lisa sin evidencias de deformación plástica,

se trata de una fractura intergranular frágil. Es el caso típico de fragilización por hidrógeno, o por segregación de un producto frágil que fractura sin dejar marcas propias. Las superficies de grano son totalmente lisas salvo alguna inclusión o precipitado grueso, sin rastros de otros productos que puedan asociarse con el proceso de fractura.

En otros casos la superficie de fractura muestra evidencias de un mecanismo de nucleación y crecimiento de microcavidades asociados a una precipitación intergranular, dando lugar a la formación de pequeñas microcavidades que cubren la superficie del grano. Este modo de fractura se denomina fractura intergranular dúctil. Existen muchos materiales en los que la fractura está asociada a precipitación intergranular. En ellos la fragilización por precipitación en borde de grano depende de diversos factores microestructurales, tamaño de grano, forma y distribución de precipitados, características de la interfase. A mayor densidad de precipitación, menor es el tamaño y profundidad de las microcavidades.



4 Parte experimental

4.1 Aparatos utilizados

En esta parte se puede encontrar una breve descripción de los aparatos o máquinas utilizadas durante el proyecto así como su utilidad.

4.1.1 Prensa hidráulica manual.

Se utilizó una prensa hidráulica manual para la realización de la compactación en frío y la extracción de los consolidados. Esto se hizo con el fin de agilizar dichas tareas, ya que resultan más simples y rápidas que si se utilizara una máquina de ensayo.



Figura 4.1-1 Foto de la prensa hidráulica manual

Esta prensa funciona mediante un sistema hidráulico y es capaz de alcanzar hasta treinta toneladas, lo cual es más que suficiente para nuestro propósito. La aplicación de la fuerza se realiza manualmente mediante una palanca que acciona un émbolo que empuja un fluido, en este caso un aceite, haciendo descender el pistón que aplica el esfuerzo sobre el compacto. La fuerza aplicada es controlada gracias a una esfera de control que nos la indica.

4.1.2 Máquina de ensayo universal Instron 4507

Para la consolidación en caliente se utilizó una máquina de ensayo Instron que nos permite, gracias a su consola de control, programar automáticamente la secuencia de aplicación del esfuerzo. A este aparato se le puede acoplar un horno a radiación, que será descrito posteriormente, el cual nos permite calentar el molde a la temperatura deseada. La

célula de carga que posee la máquina puede alcanzar un máximo de 100 kN, lo cual es más que suficiente para realizar esta etapa.



Figura 4.1-2 Foto de la Instron 4507 y su consola de control

4.1.3 Horno de radiación

Como se ha dicho anteriormente, para la compactación en caliente se necesita de un horno adaptado que permita al mismo tiempo aplicar el esfuerzo de compresión al consolidado y llevarlo a la temperatura deseada. Dicho horno es de radiación y consta de seis lámparas que son las que emiten el calor. Las paredes del horno están refrigeradas por agua mediante un circuito impulsado por una bomba. El horno se acopla mediante una barra fijada en la parte posterior de la bancada inferior de la máquina de ensayo. El horno dispone de dos oberturas circulares en los extremos por donde se permite que pase las mordazas de geometría cilíndrica que aplicaran el esfuerzo de compresión.

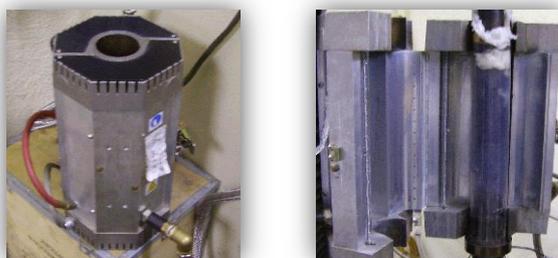


Figura 4.1-3 Fotos del horno de radiación: cerrado y abierto



Para controlar la temperatura disponemos de un potenciómetro, que varía la potencia eléctrica administrada, y de un termómetro digital conectado a un termopar en contacto con la matriz.



Figura 4.1-4 Potenciómetro y Termómetro digital

4.1.4 Microdurómetro

Una de las etapas de caracterización de las probetas obtenidas por compactación es la dureza Vickers,

El microdurómetro utilizado es de marca Matsuzawa y está equipado con una cámara que transmite la imagen a una pantalla donde podemos visualizar la marca resultante y medirla.



Figura 4.1-5 Foto del microdurómetro y su pantalla

Cabe destacar que en estas medidas el error experimental es significativo. Por lo tanto, se ha intentado realizar un número importante de medidas para conseguir reducirlo al máximo. Se ha utilizado este microdurómetro con fines de comprobar que los compactos realizados tenían propiedades mecánicas en el rango que se había medido en otros trabajos.

4.1.5 Balanza de precisión

Con el fin de obtener compactos de dimensiones predefinidas, tenemos que pesar una cantidad dada de polvo de hierro obtenido por molienda, al cual como anteriormente dicho, le agregamos el 1% de cera EBS para facilitar la densificación. Al ser esta cantidad muy pequeña (alrededor de 0,015g), nos vimos en la necesidad de usar una balanza de precisión, la cual tiene una precisión de hasta 5 decimales. Con esta balanza también se midió el peso de cada compacto para la determinación de la compacidad.



Figura 4.1-6 Foto de la balanza de precisión.

4.1.6 Horno tubular

Todos los tratamientos térmicos han sido realizados en un horno tubular de la marca Hobersal modelo ST-16 con una capacidad de calentamiento máximo de 1600°C, con programador de rampas y controlador de 4 programas y 16 segmentos. La temperatura se concentra en la parte central del tubo de alúmina porosa ofreciendo unos 30 cm donde la temperatura está bien controlada. En las extremidades del tubo de alúmina, se ha colocado un sistema que permite la circulación de argón para evitar en lo máximo cualquier tipo de oxidación de las probetas tratadas térmicamente, ya que a estas temperaturas el hierro se oxida muy fácilmente al contacto con el aire.

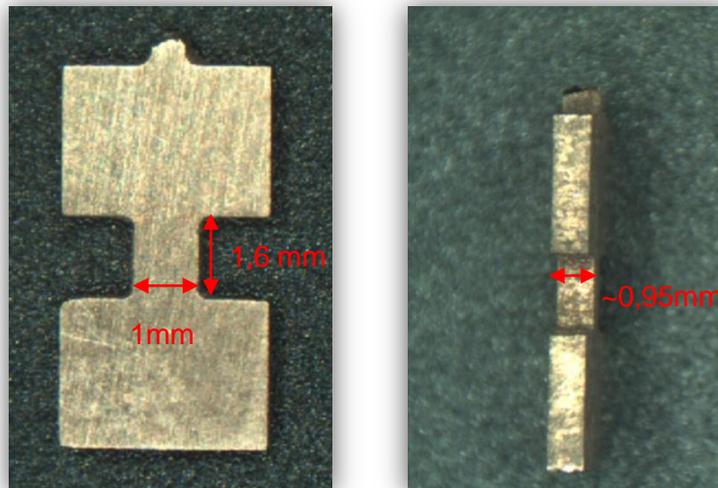




Figura 4.1-7 Foto del horno tubular

4.1.7 Cortadora por electro erosión

Para la realización de las probetas de tracción, se ha utilizado un método que permitía alcanzar las pequeñas dimensiones deseadas tal como se ve en la figura siguiente.



4.1-8 Probeta de tracción procesada por electroerosión

Así, de cada disco compactado de 9mm de diámetro se sacan 2 probetas de tracción según el esquema 4.1-9.

4.1.8 Máquina de ensayo de tracción.

Gracias a la máquina de tracción usada aquí, cuya carga máxima es de 2000N, este ensayo es totalmente instrumentalizado: todos los datos de la prueba navegan hasta el operador mediante un computador lo que permite un tratamiento de la información mucho más rápido.

4.1.9 Máquina de ensayo universal Instron 5585

Para la realización de los ensayos de compresión ha sido necesario utilizar otro modelo de máquina de ensayo universal diferente a la usada para sinterizar en tibio, debido a que las piezas ensayadas resisten un esfuerzo superior al que la célula de carga de la máquina es capaz de ofrecer (10 Tn). Los consolidados sin tratamiento posterior presentan fractura a partir de unas 12 toneladas de fuerza. Así pues se ha utilizado el modelo 5585 de INSTRON que se encuentra en el Centro Tecnològic de Manresa (CTM) con una célula de carga de 20Tn suficiente para los requisitos de los ensayos a realizar. Además esta puede ser controlada por ordenador gracias al software Bluehill, el cual es muy fácil de utilizar y nos da en tiempo real los detalles del ensayo realizado.



Figura 4.1-11 Foto de la máquina de ensayo Instron 5585

4.2 Molienda mecánica

Este proceso no forma parte del presente proyecto, sin embargo cabe describir ciertos aspectos, ya que son determinantes para las propiedades del polvo que se utilizará para la fabricación de los compactos y por ende para las propiedades de estos últimos.

Dependiendo de la cantidad de cera introducida en el molino, el polvo tendrá diferentes porcentajes de carbono. Cabe indicar aquí el tipo de molino que es usado para procesar este polvo, el “planetary mill pulverisette 5” de la marca Fritsch.

Dependiendo del tiempo de molienda obtenemos polvos con un tamaño de grano diferente. Cabe recalcar que si el tiempo de molienda es demasiado elevado, se puede obtener un polvo contaminado por elementos provenientes de la composición del recipiente, como por ejemplo el cromo (Cr) o el níquel (Ni). Entonces se debe encontrar un buen compromiso entre pureza y tamaño de grano resultante.

Adicionalmente se puede decir que se trabajo bajo atmosfera inerte de Argón, y los ciclos fueron de 30 minutos de molienda seguidos por 30 minutos de descanso.

El polvo que fue utilizado para la realización de las probetas tenía las propiedades mencionadas en la tabla 4.2-1.

Velocidad de rotación del molino	160 rpm
Relación peso bolas/polvo	27:1
Proporción de cera	1.2%
Tiempo de molienda	52 h
Dureza media	950 Hv
Tamaño de grano (DRX)	12 ± 4 nm
Composición química (porcentaje en peso).	0.59 C 0.73 O 0.049 N 0.27 Cr 0.15 Ni

Tabla 4.2-1 Características del polvo utilizado para la fabricación de las piezas examinadas.



La presencia de C se explica por la presencia de la cera durante la molienda. La cera EBS con una fórmula $C_{39}H_{74}N_2O_2$, supone que está formada por un 84 % de carbono en peso. El carbono penetra en la red ferrítica durante el proceso de SDP formando una solución sólida.

En el proceso de consolidación y el posterior tratamiento térmico, este carbono pasa a formar Fe_3C . Los precipitados de cementita se hacen más evidentes a mayores temperaturas de tratamiento termico.

El oxígeno viene dado, en parte, del contenido original del Fe y de la reacción de oxidación que sufre la superficie del polvo al abrir el recipiente de molienda.

La presencia de cromo y níquel se debe al desgaste tanto del recipiente de molienda como de las bolas que deforman el polvo.

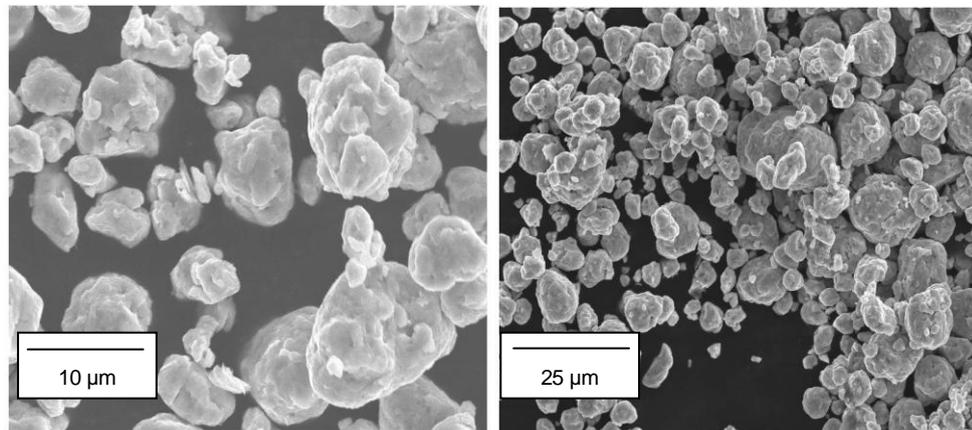


Figura 4.2-1 Micrografía del polvo usado en la concepción de los compactos

Se observa que las partículas del polvo tienen una forma redondeada. Eso se debe a la soldadura en frío de pequeños fragmentos de polvo.

4.3 Consolidación

4.3.1 Llenado del molde

Se utilizaron dos moldes cilíndricos de acero, fabricados en el mismo laboratorio por el personal técnico, los cuales fueron previamente tratados térmicamente (a 520°C durante 3h15) con el fin de que resistan a las temperaturas y presiones a las que vamos a someterlo. Estos moldes constan básicamente de tres partes principales: La matriz propiamente dicha, el punzón y el contrapunzón o contraparte.

Todo el conjunto está fabricado a partir de acero maraging envejecido por precipitación, con altos contenidos de cobalto y níquel, con condiciones de altos valores de dureza y resistencia mecánica, máxima tenacidad y buen comportamiento a altas temperaturas

También se utiliza una contraparte, que será el soporte del polvo que se añade y un pistón que va a servir para aplicar el esfuerzo. El orificio del molde es al igual de geometría cilíndrica. Las superficies de la contraparte y el pistón en contacto con el polvo son perfectamente planas y paralelas entre si, con el fin de obtener un compacto geoméricamente perfecto para poder aplicar el esfuerzo homogéneamente en toda su superficie.



Figura 4.3-1 Fotografía del molde y elementos relacionados de diámetro 9,2mm. Se puede observar: los dos apoyos utilizados para no marcar las mordazas en los extremos, en el centro la matriz, a la derecha de esta la contraparte y a su izquierda el punzón.

A continuación se enseña un esquema con las dimensiones de las distintas partes.

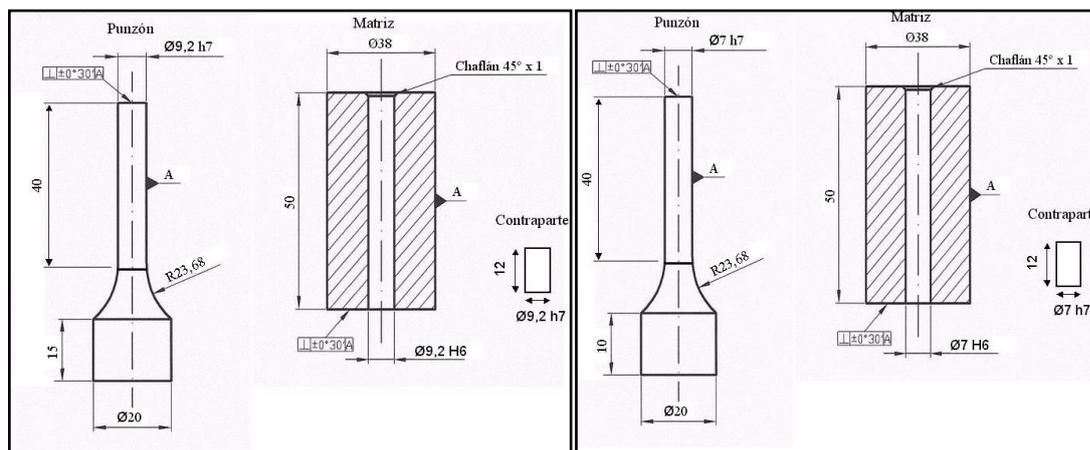


Figura 4.3-2 Planos de los conjuntos de diámetros 9,2mm y 7mm

Los dos moldes se diferenciaban por sus diámetros:



- Se utilizo uno de diámetro 9mm para preparar compactos destinados a ser procesados por electro erosión en probetas de traccion.
- El de 7mm sirvio para elaborar probetas de compresión.

Suponiendo que obtendremos una probeta con una compacidad de 100%, lo cual es solo una aproximación, calculamos que:

- para tener un disco de un espesor de 1 mm con el molde de 9 mm se necesita $m_{\varnothing 9mm.}=0,52$ g.
- para tener un compacto de 1,5 mm de altura, toca pesar $m_{\varnothing 9mm.}=1,5$ g.

A esto le añadimos 1% en peso de cera EBS para facilitar el movimiento entre las partículas al aplicar la fuerza.

Para evitar el fenómeno de soldadura entre el pistón o la contraparte a las paredes del molde, utilizamos un lubricante (disulfuro de Molibdeno) que aplicamos a las caras en contacto

4.3.2 Compactación en frío

La compactación en frío se realiza en la prensa manual hidráulica, anteriormente comentada. Para el apoyo de la matriz y evitar el desplazamiento de la contraparte, se disponen una serie de planchas metálicas que a su vez evitan que el émbolo de la prensa sobresalga excesivamente, lo cual podría dañarlo debido a las fuerzas tan grandes empleadas. Para no marcar dicho émbolo de la prensa sobre el punzón se coloca un disco metálico que reparte la fuerza en una superficie mayor.

Una vez dispuesto el dispositivo se aplica una fuerza equivalente a 5 toneladas, lo que corresponde a 1300 MPa, y se mantiene constante de manera manual, durante media hora. Una vez transcurrido este tiempo de compactación en frío, se abre la válvula de aceite de la prensa para retirar la fuerza y poder extraer la matriz.

4.3.3 Compactación en caliente

Se utilizó para esta etapa la máquina de ensayos universal Instron 4507, con una capacidad máxima de carga de 10 toneladas. El mando está asegurado por una consola que nos permite programar la secuencia de aplicación del esfuerzo en diferentes rampas o bloques. En primer lugar se procede a introducir la matriz en el horno y ponerla en contacto con las mordazas sin aplicar aun ninguna carga. El sistema se protege por un tubo cilíndrico de vidrio, para evitar al máximo la oxidación del consolidado, en el cual se hace circular un flujo de argón. Las extremidades de este tubo fueron selladas con fibra de vidrio para evitar

que el oxígeno se introduzca de tal manera que la temperatura sea la más estable posible. Una vez este dispositivo está listo, se procede a calentar el horno de radiación hasta llegar a la temperatura de compactación deseada. Para evitar que el horno se recaliente, se pone en marcha la bomba que hará circular agua al interior de las paredes del horno. Una vez alcanzada dicha temperatura, se espera media hora con el fin de estar seguros que al interior del molde, la temperatura esté repartida homogéneamente. Después se procede a la secuencia de aplicación de la carga como se describe en la figura siguiente:

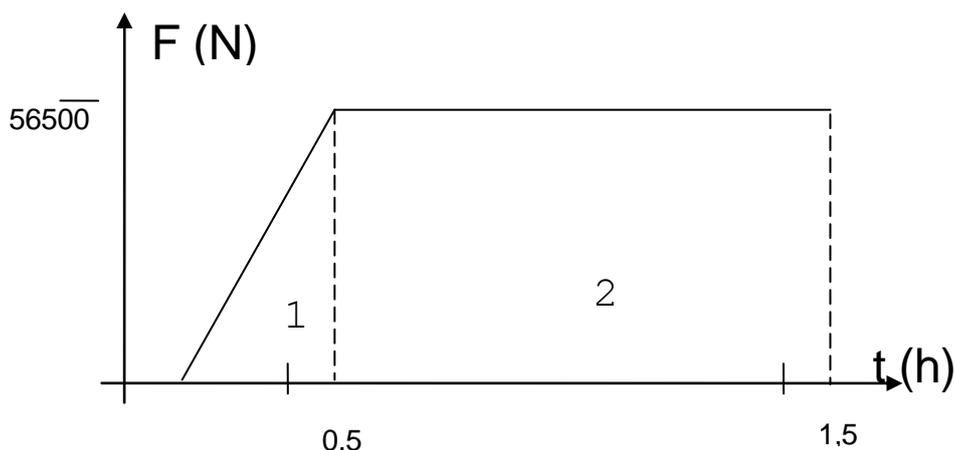


Figura 4.3-3 Secuencia de aplicación de la carga

La etapa 1 consiste en aumentar la carga desde 0N hasta 56500N a una velocidad constante de 5000N/min. Una vez esta etapa finalizada, se mantiene la carga constante durante una hora (etapa 2). Esta una vez terminada, se procede a apagar el horno de radiación y a quitar la carga manualmente. Se deja enfriar hasta la temperatura ambiente y se extrae la matriz del dispositivo.

4.3.4 Extracción

La última etapa de fabricación de las probetas es la extracción. Nuevamente volvemos a utilizar la prensa manual por su eficacia y rapidez en comparación con la máquina de ensayo. Para ello disponemos de punzones de un diámetro inferior al del orificio cilíndrico de la matriz. Esta etapa es delicada y procedemos de manera progresiva, es decir comenzamos con el punzón más pequeño hasta el más grande.



Figura 4.3-4 Foto de los extractores

4.4 Caracterización de las probetas

4.4.1 Desbaste y pulido.

Nada más extraer el consolidado su superficie está ligeramente oxidada aún y haber sido realizado en atmósfera inerte y sus caras no son perfectamente planas.

El primer paso es desbastar la superficie, hasta que desaparezca completamente este oxido superficial y las dos caras queden completamente planas.

Esta operación se debe realizar con sumo cuidado debido a la geometría de los consolidados. Inicialmente se realizaba en máquinas de disco rotatorio para pulir y desbastar, pero debido a la velocidad de rotación de esta maquinaria y a la dificultad de sujeción de los consolidados, ocasionalmente se producían desbastes no uniformes generando distintos planos en una misma cara, de manera que se optó por realizar el desbaste manualmente.



Figura 4.4-1 Desbaste manual

El desbaste se produce en dos operaciones:

- 1) Primero mediante papel de 600 se retira todo el oxido superficial y se dejan las dos caras planas.
- 2) Posteriormente mediante papel de 1200 se procede a reducir la profundidad de las rayas creadas con el papel de 600 para facilitar el pulido.

Una vez desbastadas las dos caras planas del consolidado se procede a pulirlas.

El pulido se realiza a máquina debido a la baja agresividad del proceso. Se utilizan paños habilitados para pulir con la ayuda de spray de polvo de diamante de $6\mu\text{m}$ y posteriormente de $1\mu\text{m}$.



Figura 4.4-2 Elementos empleados en el pulido

Una vez desbastado y pulido el consolidado se limpia con agua y jabón para retirar los restos del spray empleado en el pulido.

Para poder observar la superficie nítidamente a través del microscopio al realizar las huellas de dureza, se desplaza la humedad mediante etanol y acetona y se seca con la ayuda de un secador dispuesto a tal efecto.

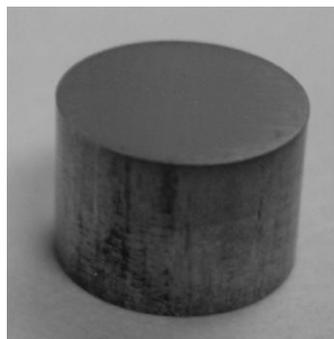


Figura 4.4-3 Consolidado desbastado y pulido.

4.4.2 Medición de la dureza

Previo a la medición de dureza, es necesario realizar un desbaste y pulido de las dos caras del compacto con el fin de mejorar la lectura de la talla de la huella producto del ensayo Vickers. Así es más rápida y precisa la medida. Para desbastar se utilizaron discos



de pulido de 600, y para pulir, discos de 1200 seguido de un pulido más fino con un paño cargado con partículas de alúmina.

Las medidas de dureza se efectuaron en el microdurómetro Matsuzawa aplicando una carga de 200g durante 15 segundos por cada ensayo. Las medidas se efectuaron en las dos caras del consolidado, a lo largo de uno de sus diámetros a cada milímetro, así obtuvimos catorce valores para cada uno de ellos. El valor final lo obtenemos haciendo la media.

4.4.3 Determinación de la compacidad.

Otra de las indicaciones de calidad de los consolidados fabricados es la compacidad, ya que se considera que la porosidad es un defecto y por eso solo se utilizan los compactos con una compacidad mayor a 94%.

Para la determinación del porcentaje de compacidad, medimos su peso, el alto y el diámetro. Así obtenemos la densidad del compacto y la comparamos con la densidad teórica del hierro (si su compacidad es de 100% o sea $\rho_{Fe} = 7870 \text{ kg/m}^3$) y obtenemos la compacidad.

4.4.4 Microscopia electrónica de barrido.

Para determinar las microestructuras de nuestros compactos se usó la microscopia electrónica, ya que se trata de tamaños de granos generalmente por debajo del micrometro.

La principal diferencia entre la microscopía electrónica y la óptica es la utilización por la primera técnica de haces de electrones en vez de radiación lumínica, obteniéndose de ese modo mucha más nitidez de imagen, así como un número muy elevado de aumentos. Según la química cuántica, un electrón de elevada velocidad actúa como una onda con una longitud de onda del orden de 3 pm. Es precisamente esta razón la que permite a la microscopía electrónica presentar aumentos tan elevados y un poder resolutivo excepcional.

La velocidad de los electrones, y por tanto la profundidad de penetración de ellos, se puede modificar variando el potencial aplicado, pudiéndose variar la resolución según convenga.

El Cañón de electrones contiene un filamento en forma de V con un radio de entre 5 y 10 μm que emite electrones por efecto termoiónico. Actúa como emisor de los electrones que posteriormente se aceleran y que incidirán en la probeta a estudiar. Este filamento va rodeado por un cilindro al cual se aplica un potencial que genera un campo eléctrico ya que

hace que las trayectorias de los electrones que se desplacen por el camino de máximo gradiente de campo converjan en un punto concreto creándose así el haz.

Después del cañón de electrones se encuentra lo que se denomina la zona de aceleración de electrones, donde dependiendo del voltaje aplicado, se minimiza la longitud de onda del haz de electrones para obtener una alta resolución.

El sistema de lentes electromagnéticas tiene como objetivo conseguir que el haz de electrones se focalice al máximo.

La preparación de muestras es un punto de suma importancia. El haz de electrones tiene que reflectarse en la superficie y por lo tanto esa tiene que ser lo más plana posible. Para mejorar la visualización es importante también que las probetas estén montadas en una baquelita conductora (típicamente la negra del laboratorio). Para poder observar las caras longitudinales y transversales (respeto a la dirección de aplicación de la carga), se han cortado y luego montado los compactaos de la manera siguiente.

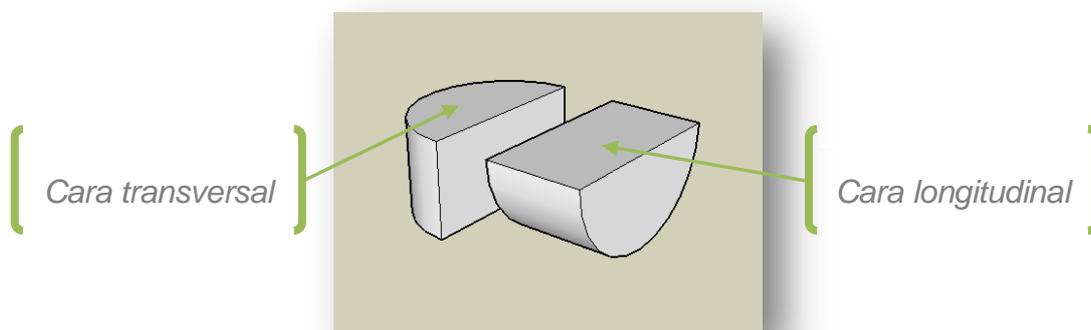


Figura 4.4-4 Colocación de la probeta en la preparación microscópica

4.4.5 Integridad superficial de las probetas de tracción.

La integridad superficial implica el estudio y el control tanto de la rugosidad o de la topografía como de la metalurgia superficial. Los dos factores influyen sobre la calidad de la superficie y de la sub capa mecanizada volviéndose sumamente importante al fabricar componentes estructurales diseñadas para soportar tensiones estáticas y dinámicas elevadas. Por ejemplo, cuando la carga dinámica es el factor principal en la concepción, la resistencia se ve a menudo reducida por las características en situación de fatiga de los materiales. Las grietas debidas a la fatiga casi siempre encuentran sus orígenes sobre o



cerca de la superficie del componente. La corrosión, también, es un fenómeno superficial. De hecho, el estado de la superficie desde un punto de vista topográfico y metalográfico es un elemento importante en la concepción y la fabricación de componentes críticos.

Los métodos para medir la integridad superficial incluyen la medida de la rugosidad, la observación macroscópica con un microscopio óptico (10x) y con un electrónico (1000x) y en fin la medida de la microdureza. Otros ensayos incluyen el uso de líquidos penetrantes, la medida de tensiones residuales y el tiempo de vida en régimen de fatiga.

En esta parte nos apoyaremos sobre un estudio realizado por el equipo del Dr. J. A. Sanchez de la escuela superior de ingenieros industriales y de telecomunicaciones de Bilbao. En el proceso de electroerosión, se habla con frecuencia de los daños superficiales con el nombre de “capa blanca” (este término hace referencia al color que toma la capa resolidificada una vez tratada con Nital). En realidad, el daño viene de la naturaleza térmica de la operación que provoca fusiones y resolidificaciones del material de base dando como resultado una capa superficial con propiedades distintas de las de la materia de origen. Por eso, visto las dimensiones reducidas de nuestras probetas, es muy importante saber hasta que profundidad llega la zona afectada por el calor y como se ven afectadas las propiedades mecánicas.

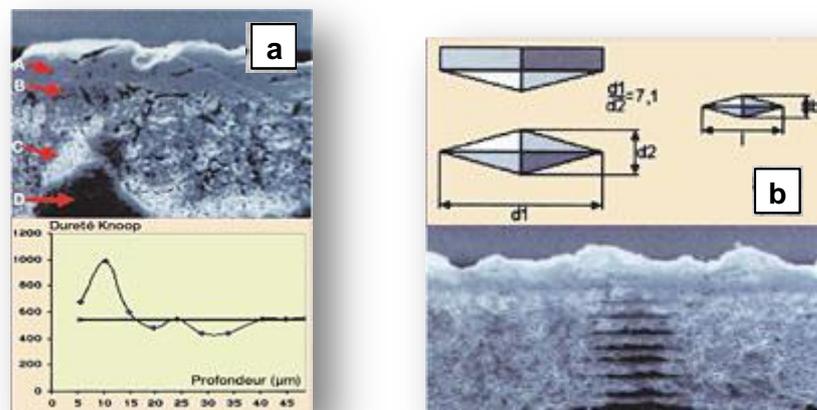


Figura 4.4-5 Evolución de la dureza en una sección mecanizada por electroerosión.

En las figuras precedentes, se enseña una sección típica de una superficie mecanizada por electroerosión. En una u otra se distinguen las zonas siguientes aunque no estén siempre tan marcadas:

- Capa fundida y resolidificada: la capa blanca
- Materia revenida por consecuencia de la aumentación de temperatura.

Progresando hacia el interior de esa zona, la materia retoma progresivamente sus propiedades originales como se puede verificar tanto en el gráfico dureza vs profundidad como en el tamaño de las huellas en la foto b.

Los ensayos realizados se hicieron con varias condiciones de corte, aunque los resultados que destacaremos conciernen los regímenes de máxima potencia, o sea los que provocarían el espesor más importante de la capa afectada. Resultó que el espesor máximo que fue relevado era de 35 μm , lo que implica que la zona afectada en nuestras probetas sería de 70 μm en el peor de los casos. Eso ni siquiera representa el 10% del espesor de la sección reducida por lo cual no es relevante. Sin embargo esta estimación concierne a materiales que no son los nuestros y solo pueden servir para darnos un orden de idea del espesor de la capa afectada.

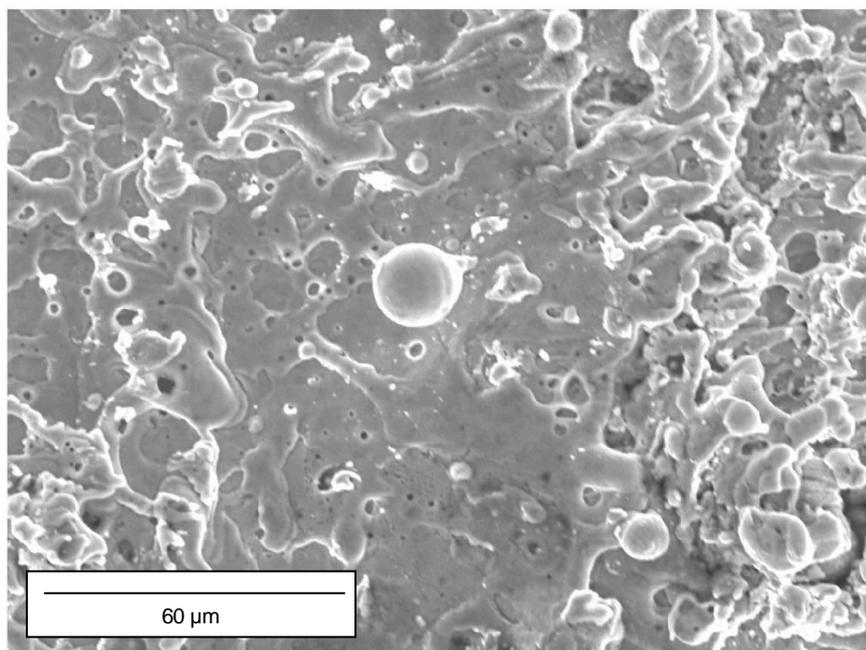


Figura 4.4-6 Capa blanca observada en una probeta de tracción. Por la morfología de la superficie, se nota que el material ha sido refundido y que una capa blanca está también presente en nuestro material.

Se puede entonces afirmar sin muchos riesgos que el proceso de corte por electroerosión no influirá en los resultados.



4.4.6 Análisis de imágenes y estimación del porcentaje en carbono

Para poder apreciar la influencia de la cera que se usa durante las fases de compactación del polvo (1% en peso) sobre el porcentaje final de carbono obtenido respecto al porcentaje de carbono del polvo inicial, se ha desarrollado un método de cálculo del porcentaje en carbono a partir de imágenes de SEM. En efecto, aunque se quema la cera al compactar en tibio (dando como productos H_2O y CO_2) puede que queden trazas de cenizas que implicarían errores durante el análisis cuantitativo. Además, mediante este análisis, las probetas de compresión se pueden aprovechar de nuevo y no se necesita mandarlas al instituto para un ensayo totalmente destructivo.

Gracias al artículo de Zhao "Dependence of strength and strength-elongation balance on the volume fraction of cementite particles in ultrafine grained ferrite/cementite steels", notamos que el porcentaje volumétrico de cementita y el porcentaje en carbono están conectados por una relación proporcional (relación obtenida gracias a los diagramas de fases). Hemos supuesto que el porcentaje superficial también podía seguir una ley del mismo tipo. Para averiguar eso se calcularon las superficies de cementita de las imágenes proporcionadas en el artículo para confrontarlas a los porcentajes de carbono. Este proceso se realiza dibujando una máscara de la fotografía, pintando de color las zonas ocupadas por los precipitados de cementita. Luego, esa máscara se escanea y se pasa en un formato bicromo. Por fin el software de análisis de imágenes calcula la relación entre el área total y la área pintada.

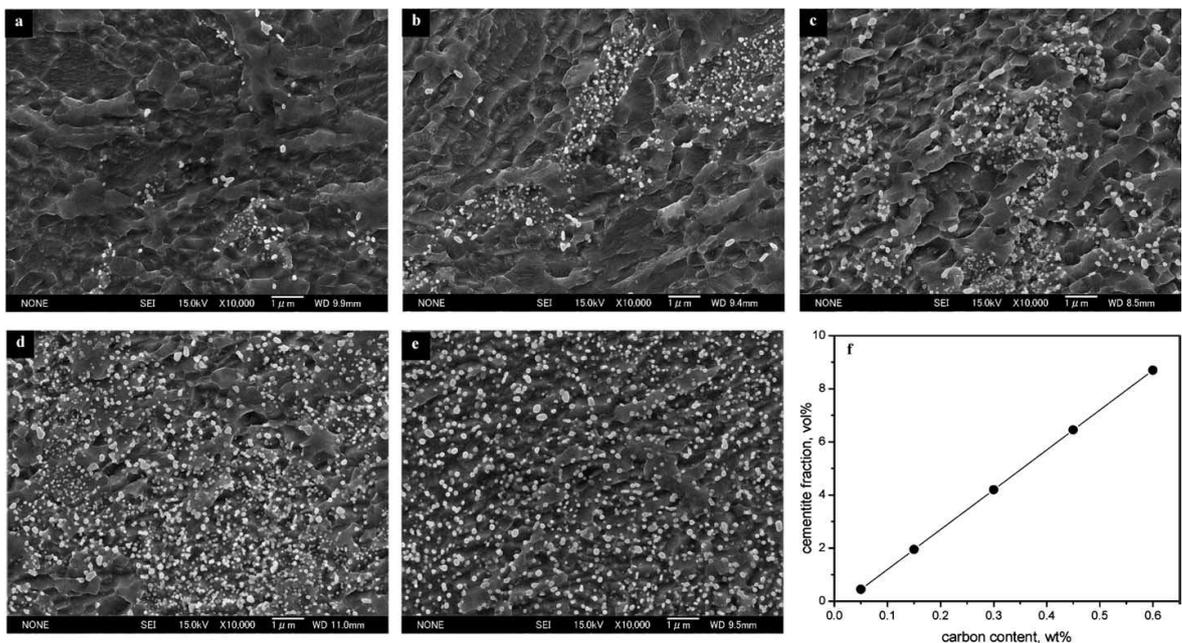


Figura 4.4-7 Micrografías SEM de las microestructuras de grano ultrafino y el cambio en la fracción volumétrica de las partículas de cementita con los distintos contenidos en carbono.

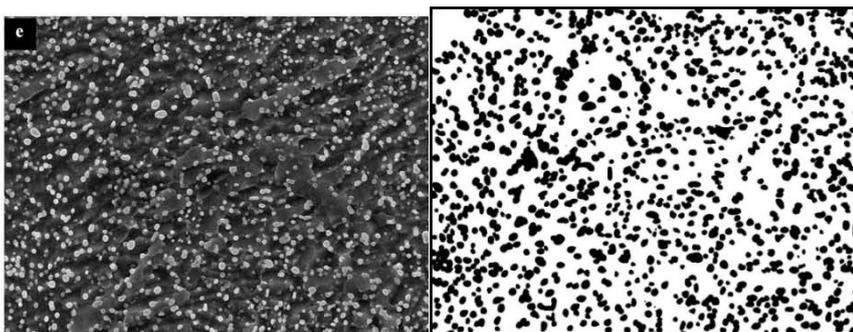


Figura 4.4-8 Imagen sacada del artículo y su mascara

Tal como se ve el gráfico siguiente la proporcionalidad existe también, sin embargo los coeficientes directores no son los mismos en las relaciones. De hecho, para que el análisis de imágenes corrobore la previsión termodinámica, se tendría que hacer un recuento tridimensional (volumétrico), lo cual es imposible trabajando con fotografías (superficies). Cabe subrayar también que esa relación es puramente empírica.

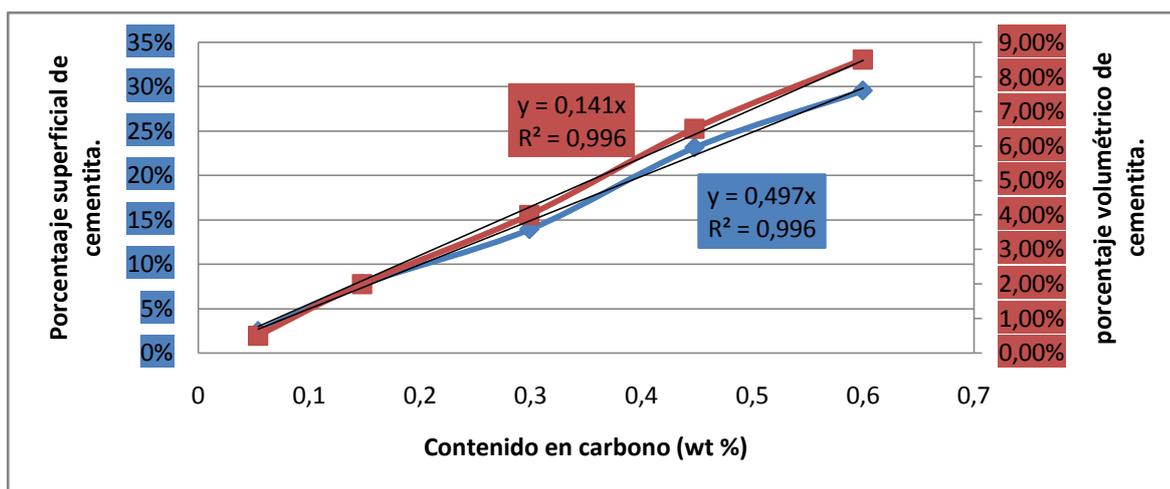


Figura 4.4-9 Evolución de los porcentajes superficiales y volumétricos en función del contenido en carbono

Sin embargo, esa proporcionalidad procura una herramienta fácil, barata y repetitiva para averiguar el contenido en Carbono de las muestras. Cabe subrayar que esas medidas no son precisas y solo pueden servir como estimaciones, ya que, como se dijo anteriormente, parte de la cementita es susceptible de desaparecer durante el pulido necesario a la observación microscópica.

Se aplicó esa herramienta a las fotografías SEM que ya eran disponibles. Para eso, se hizo una clasificación de ellas y se analizaron las que más calidad tenían. A continuación se enseñan los contenidos en carbono que se estimaron:



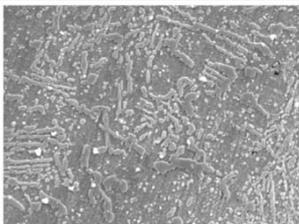
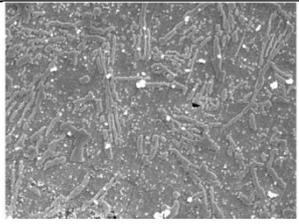
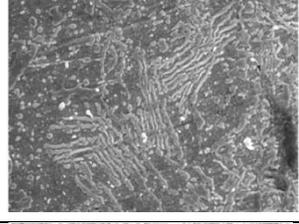
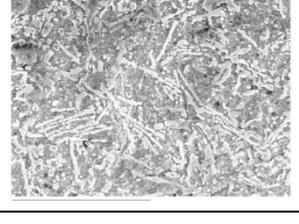
Fotografía	Descripción	Porcentaje superficial de cementita (%)	Contenido en carbono (%)
	Temp. Comp. 460°C Trat. Term. 775°C Sin deformación	34,78	69,98
	Temp. Comp. 460°C Trat. Term. 775°C Sin deformación	32,60	65,59
	Temp. Comp. 460°C Trat. Term. 775°C Sin deformación	33,32	67,04
	Temp. Comp. 460°C Trat. Term. 775°C Sin deformación	33,77	67,95

Tabla 4.4-1 Estimación del contenido en carbono en función de la superficie de cementita

Aunque los valores de carbono estén coherentes, están todos superiores a lo previsto (~60%). Este fenómeno tiene varias explicaciones:

- Primero esas micrografías fueron tomadas para mostrar microestructuras particulares entonces son zonas bien elegidas donde había mucha cementita; para corregir eso tocaría hacer un estudio más amplio de las superficies.
- Luego la elaboración de la máscara es muy subjetiva y es muy probable que algunos carburos o otros elementos irrelevantes fueron tomado en cuenta.
- En fin, en las fotografías que sirvieron para establecer la correlación entre proporción volumica y superficial, los precipitados de cementita tenían todos una geometría esferoidal o por lo menos circular lo que no es el caso aquí ya que esos mismos tienen formas de aguja o de planos. Eso puede influir en la relación de proporcionalidad, pero para confirmar esto habría que hacer un estudio más profundo de este asunto.

4.5 Tratamientos térmicos

Una vez las caracterizados los compactos, se realizan los tratamientos térmicos en el horno tubular. Para ello se programa el horno gracias a su panel digital tal como lo describe el manual de utilización. Una vez el horno este a la temperatura deseada, se hace circular el flujo de argón que evitará la oxidación de la probeta debido a las altas temperaturas a la que se le va a someter, y se la introduce en un crisol refractario al centro del tubo.



Figura 4.5-1 Compacto en un crisol refractario

El tiempo de tratamiento es de media hora. Al sacar la probeta del horno, se la cubre con fibra de vidrio para evitar en algo el contacto con el aire y se deja enfriar. Cabe recalcar que después de haber aplicado un tratamiento térmico a una probeta, se procede nuevamente a medir su dureza por lo cual hay que pulir, una vez más, las dos caras para una mejor medida de esta.

4.6 Ensayos de compresión

Con el fin de proteger las mordazas de compresión de la máquina, se utilizan dos bases en acero maraging que han sido tratadas y que tienen una dureza elevada como superficies de apoyo de la probeta. Las superficies de apoyo se han lubricado con grasa blanca de litio y los consolidados que hay que ensayar han sido recubiertos de teflón. Estas acciones se realizan para facilitar la deformación de las probetas ya que estamos reduciendo significativamente la fricción de los consolidados con las superficies de apoyo.

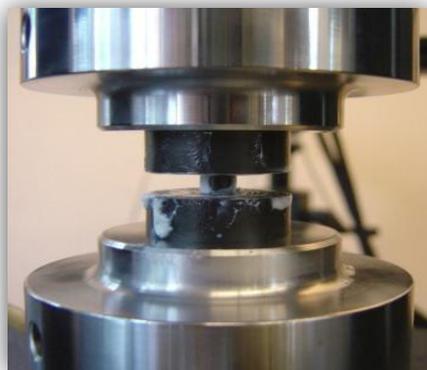


Figura 4.6-1 Foto de la probeta lista para el ensayo de compresión



Debido a la naturaleza nanocrystalina de las probetas sin tratar térmicamente (con gran dureza y fragilidad), su fractura se lleva a cabo de manera muy violenta. Las probetas estallan en múltiples partículas de reducidas dimensiones. Para garantizar la seguridad del personal que presencia los ensayos se dotó el dispositivo de una placa metálica de 1cm de espesor que lo recubría.

Una vez que el dispositivo de ensayo está completamente montado y las dos superficies de apoyo están en contacto con el consolidado entonces se puede iniciar el ensayo.

Los ensayos se han realizado a velocidad de deformación constante. La velocidad aplicada ha sido de 10^{-4}s^{-1} . Este tipo de ensayo, cuando no se ha producido una fractura prematura de las probetas, se ha llevado hasta un valor de deformación real de 0,8. Es decir, que por cuestiones de seguridad, el ensayo se detiene automáticamente cuando la probeta llega al 80% del valor de deformación respecto a sus dimensiones iniciales.

Los ensayos han sido controlados mediante un software especialmente diseñado al efecto, el cual no solo devuelve la deformación y el esfuerzo, sino que también da los datos de esfuerzo real y deformación real. Para ello se introducen previamente las dimensiones de la probeta que se va a ensayar.

Al iniciar el ensayo el programa va dibujando el gráfico de esfuerzo vs. deformación en tiempo real y al finalizar este se pueden guardar en formato de texto todos los datos de los puntos obtenidos por el programa. Una vez finalizado el ensayo se retira la placa de seguridad y se recoge lo que queda de la probeta para un posible estudio posterior. Después se vuelve a disponer todo para el próximo consolidado.

Se obtienen varios archivos de salida para cada ensayo, entre los cuales, se constata el que contiene toda la información sobre el ensayo y el de extensión “.raw” que expone los cálculos hechos por el software. Este se puede abrir con Microsoft Excel, lo que permitirá trazar las curvas experimentales del ensayo.

Cabe recalcar que las curvas dan valores muy bajos del modulo elástico, por lo cual hay que corregirlas con el fin de obtener una zona elástica en acuerdo con la realidad. Esto consiste a identificar la zona puramente elástica experimental y reemplazarla por una en donde se fija el modulo elástico ($E= 180000$ MPa, valor previamente determinado por ultrasonidos). Luego se suma a la deformación puramente elástica, los incrementos positivos de la esta, y esto nos da la deformación real corregida. Un ejemplo de corrección se puede ver en la figura 4.6-2 a continuación.

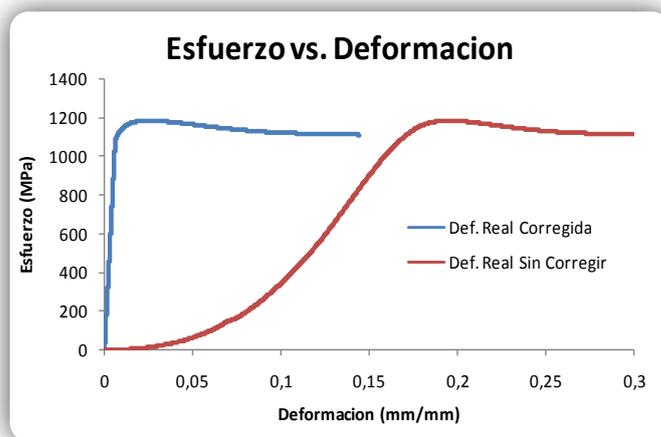


Figura 4.6-2 Curvas σ vs. e , corregida y sin corregir

De las curvas corregidas se pueden extraer informaciones importantes como son:

- El esfuerzo máximo σ_{max} y la deformación real correspondiente a este máximo ϵ_{max} . La utilidad de este parámetro ϵ_{max} , es que permite diferenciar dos tipos de morfología de curvas de resistencia a compresión. Unas pueden presentar un pico de resistencia (σ_{max}) a bajas deformaciones y otras, un endurecimiento por deformación lento pero importante que se traduce en una resistencia máxima a deformaciones elevadas, como se verá en el apartado de resultados. Para obtenerlo se ve en los datos, el valor mayor del esfuerzo real a lo largo del ensayo y la deformación correspondiente.
- El límite elástico, $\sigma_{0,2\%}$. Para determinarlo se traza una recta paralela a la deformación elástica, desplazada de 0,2%, y el valor buscado corresponde a los de la intersección de las dos curvas, como lo muestra el ejemplo siguiente:

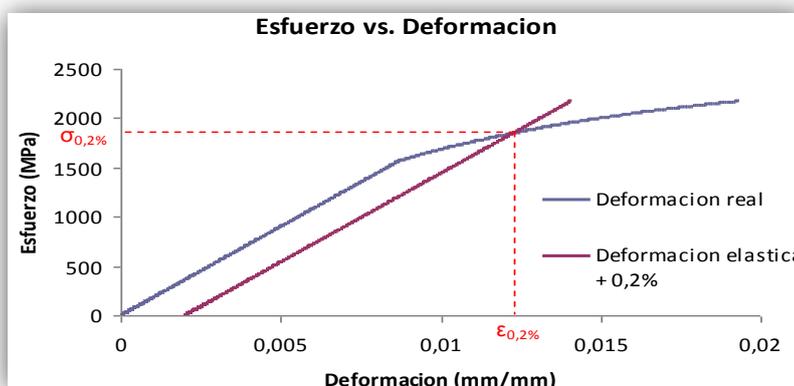


Figura 4.6-3 Ejemplo de curva esfuerzo-deformación con determinación del límite elástico



4.7 Pruebas de tracción.

4.7.1 Protocolo.

La máquina de tracción, cuya carga máxima es de 2000 N, es completamente instrumentalizada: las informaciones y los órdenes navegan entre el operador y el puesto de ensayo gracias a un computador. La realización de una prueba necesita una manipulación previa de las probetas: es necesario pulir la sección reducida de tal manera que todas las rayas debidas al pulido estén paralelas a la dirección de aplicación de la carga. Así se evita la creación de concentradores de tensión que podrían falsear el ensayo.

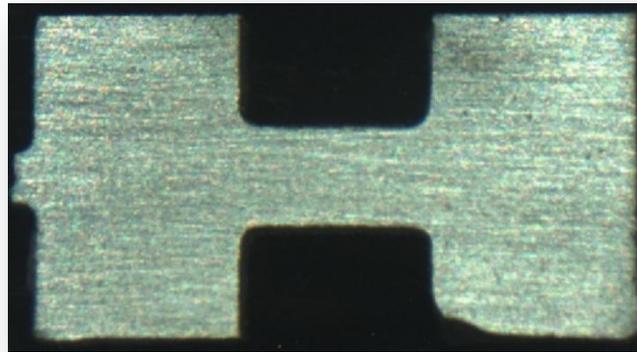


Figura 4.7-1 Pulido paralelo al esfuerzo

También se tiene que adaptar el tamaño de las cabezas para que encajen en las mordazas; esto se hace puliéndolas. Cuando las dimensiones son correctas, se vuelve a medir su espesor. Luego se tapan las mordazas con la parte superior con el objetivo de proteger a los operadores de una proyección eventual producida por la probeta al romperse. Antes de proceder al ensayo propiamente dicho, registramos las medidas de la probeta y la velocidad de alargamiento (en nuestro caso 0,2 mm/s) en el software.

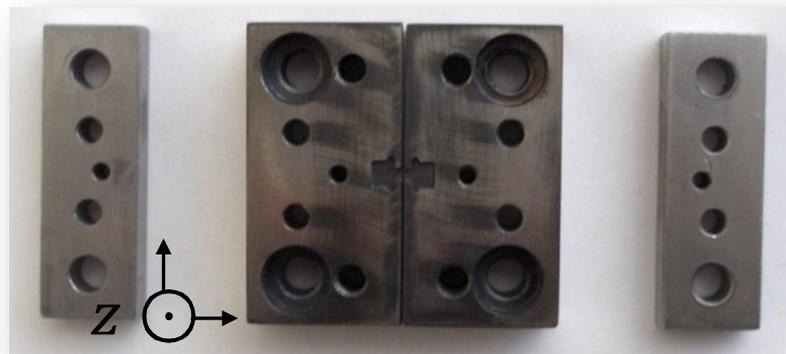


Figura 4.7-2 Mordazas de tracción con las tapas superiores en los extremos izquierdo y derecho

Los primeros saltos en la grafica son debidos a la acomodación de la probeta dentro de las mordazas. De hecho, al no estar fijada al empezar la tracción, esta se mueve para encajar perfectamente. Eso se explica por un lado ya que las probetas tienen diversos grados de libertad (en realidad solo dos están suprimidos: rotación y translación a lo largo del eje z) y por otro, debido a que se producen pequeños desplazamientos hasta que la probeta ajusta totalmente.

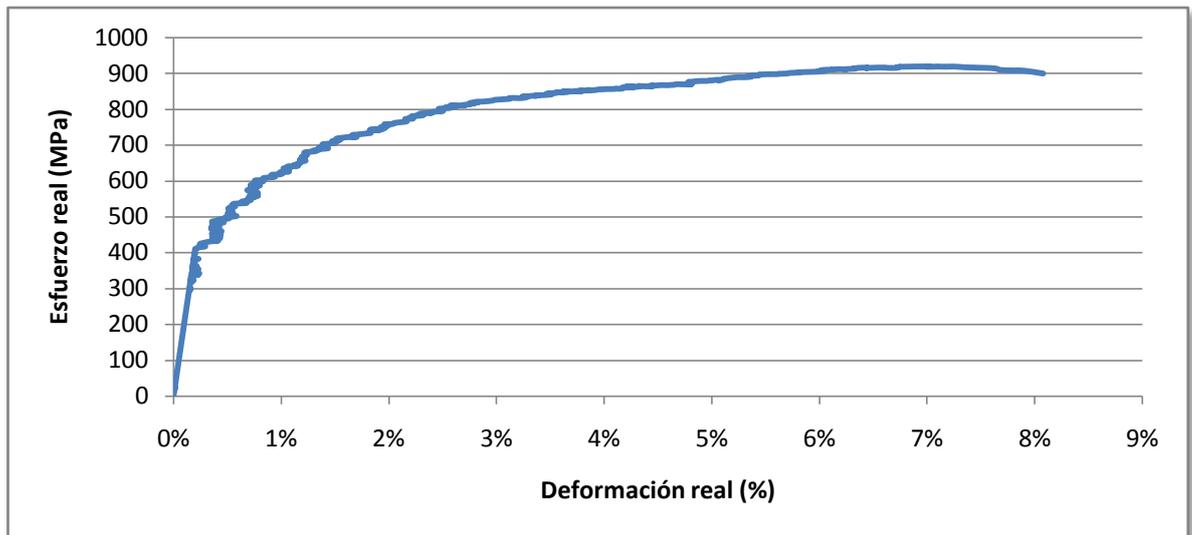


Figura 4.7-4 Curva de microtracción de la probeta de acero FE-115

La probeta de referencia del acero F115 muestra un comportamiento clásico para dicho material tanto a nivel del endurecimiento por deformación como a nivel del alargamiento.

5 Resultados numéricos e interpretaciones

5.1 Medida del tamaño de grano.

Para la realización del proyecto se utilizaron las siguientes condiciones de compactación y tratamientos térmicos posteriores, a partir del polvo molido cuyas características están descritas en el apartado 4.2.1, los procesos de consolidación se realizaron en las siguientes condiciones:

Probetas de compresión.

		Presión (MPa)	Temperatura (°C)
P1	Compactación en frío	1300	ambiente
P2	Compactación en caliente	850	460

Tabla 5.1-1 Condiciones de compactación de las probetas de compresión.

Posteriormente, dichos compactos fueron sometidos a tratamiento térmico a una temperatura de 775 °C durante una hora.

Probetas de tracción.

Se utilizaron dos temperaturas de compactación, 460 °C y 500°C, según las condiciones mostradas en la tabla 5.1.2.

		Presión (MPa)	Temperatura (°C)
P1	Compactación en frío	1300	ambiente
P2	Compactación en caliente	850	460
		Presión (MPa)	Temperatura (°C)
P1	Compactación en frío	1300	ambiente
P2	Compactación en caliente	850	500

Tabla 5.1-2 Condiciones de compactación de las probetas de tracción.

Posteriormente, piezas consolidadas a las dos temperaturas fueron tratadas térmicamente a 775 °C, 825 °C y 875 °C durante media hora.

5.1.1 Estudios anteriores mediante TEM.

En proyectos precedentes se había utilizado el TEM para medir el tamaño de grano del material. En este apartado se muestra solo el estudio realizado para las probetas consolidadas a 460°C y tratadas posteriormente a temperaturas entre 525 °C y 875°C, existiendo un estudio equivalente para la temperatura de consolidación de 500 °C no mostrado aquí. Las microestructuras obtenidas para los diferentes estados de tratamiento se muestran en la figura 5.1.1, los valores medios de tamaño de grano y su evolución con la temperatura de tratamiento se muestran en la tabla 5.1.2.

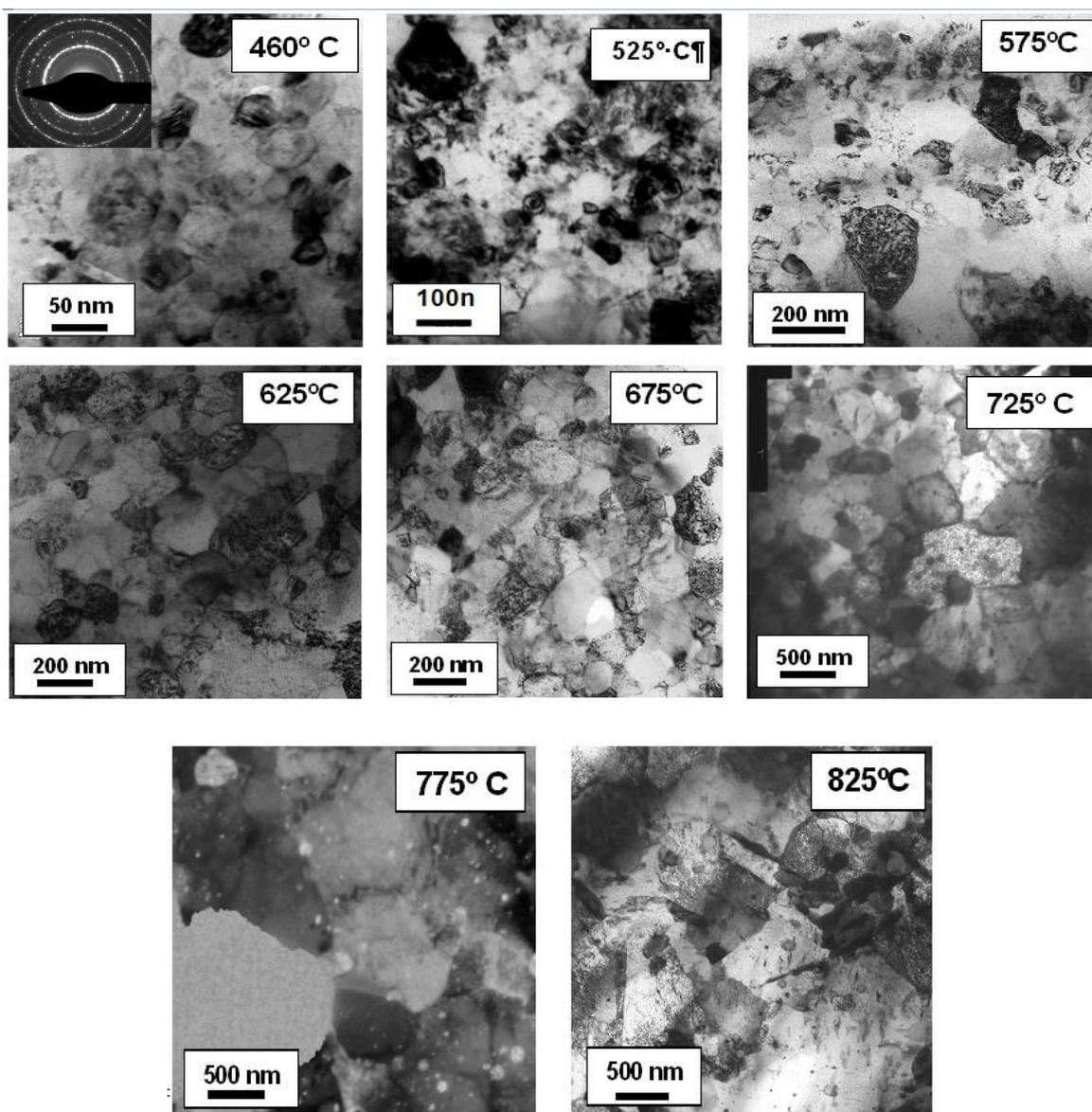


Figura 5.1-1 Evolución del crecimiento del tamaño de grano en función de la temperatura. Observación mediante TEM.

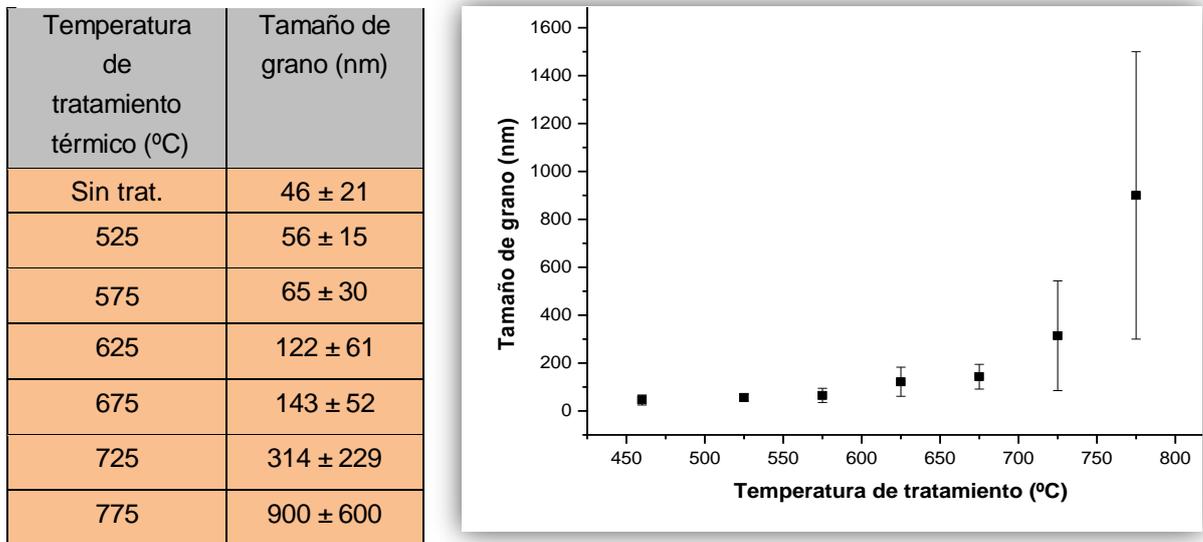


Tabla 5.1-3 Influencia del tratamiento térmico sobre el tamaño de grano.

La muestra de 725°C presenta un notable crecimiento de grano, manteniendo la homogeneidad en tamaño y distribución de la microestructura. En cambio en las muestras de 775°C y 825°C se observa también un marcado crecimiento del grano aunque de forma heterogénea, presentando granos que oscilan fácilmente entre 300-400nm (zonas de grano fino) y zonas de grano grande cuyo tamaño llega a superar 1 μm .

Se puede suponer que el fuerte aumento observado a partir de 775°C es debido a que es una temperatura muy cercana a la de la transformación austenítica ($\sim 760^\circ\text{C}$), fase en la cual la difusión de las partículas es mucho más importante y por lo tanto el crecimiento de grano es más fácil.

Cabe recalcar aquí que el trabajo hecho en este proyecto se centrara en materiales tratados a esta temperatura y otras más altas. Consideraremos entonces a continuación el tamaño de grano de 1000 nm como referencia.

En ambas microestructuras de 775°C y 825°C, son fácilmente observables grandes precipitados de Fe_3C (Cementita). De hecho, estos precipitados fueron los que incitaron un cambio de método para medir el tamaño de grano. En efecto, su distribución en las muestras impedía una buena resolución del grano ferrítico y esa falta de nitidez hacía que los resultados fueran del todo satisfactorios. Se orientó entonces hacia una observación mediante SEM, lo que se intentó hacer en este proyecto.

5.1.2 Estudios mediante SEM.

Al empezar este trabajo se quería observar la estructura del material compactado a 460°C y tratado térmicamente a altas temperaturas con un tamaño de grano medio cercano al micrómetro. Por eso los primeros pasos que se dieron tuvieron como objetivo encontrar el reactivo adecuado. En trabajos anteriores se había usado picral (ácido pícrico con etanol), lo cual permitía una buena observación de los precipitados de cementita pero no del límite de grano ferrítico. A continuación se exponen los pasos que se dieron para intentar mejorar la definición del límite de grano ferrítico. Todas las muestras que se presentan aquí han sido compactadas a 460°C y tratadas térmicamente a las temperaturas indicadas y no han sufrido ninguna deformación.

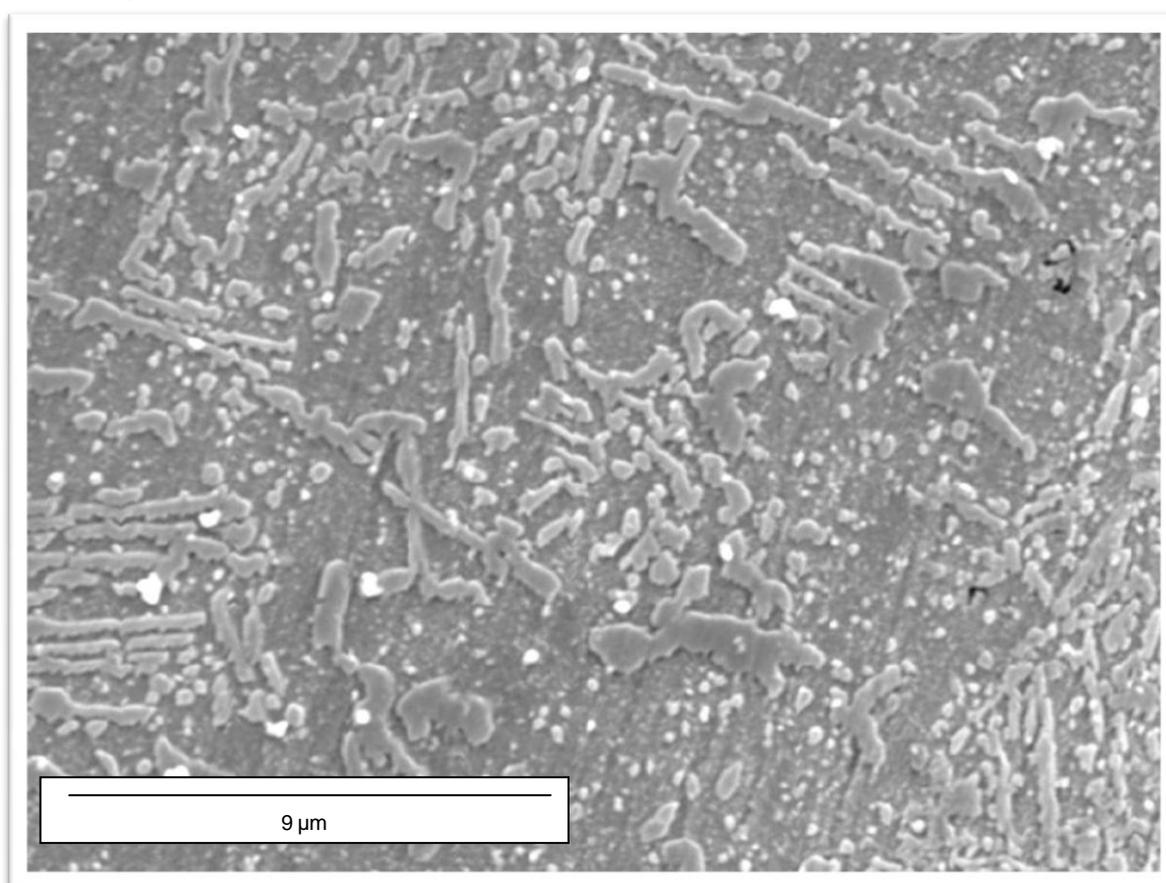


Figura 5.1-2 Imagen SEM de una probeta atacada con picral. **Tratamiento térmico: 775°C.**

Las pruebas iniciales indicaron que con picral no se distinguía claramente el borde del grano ferrítico. Se decidió entonces utilizar el reactivo de Vilella (picral al cual se añade ácido clorhídrico) con el fin de intentar identificar el borde de grano gracias al HCl. Cuando se empezó a usar este reactivo, con concentraciones de 1g en ácido pícrico y de 1mL en ácido clorhídrico, los resultados fueron esperanzadores pero el ataque era muy agresivo y



difícil de controlar ya que atacaba mucho los carburos y no tanto el límite de grano. Por eso se disminuyeron las concentraciones de los reactivos a la cuarta parte. Lastimosamente, los resultados no fueron mejores que antes ya que empeoró la definición de la cementita, sin revelarse el tamaño de grano ferrítico.

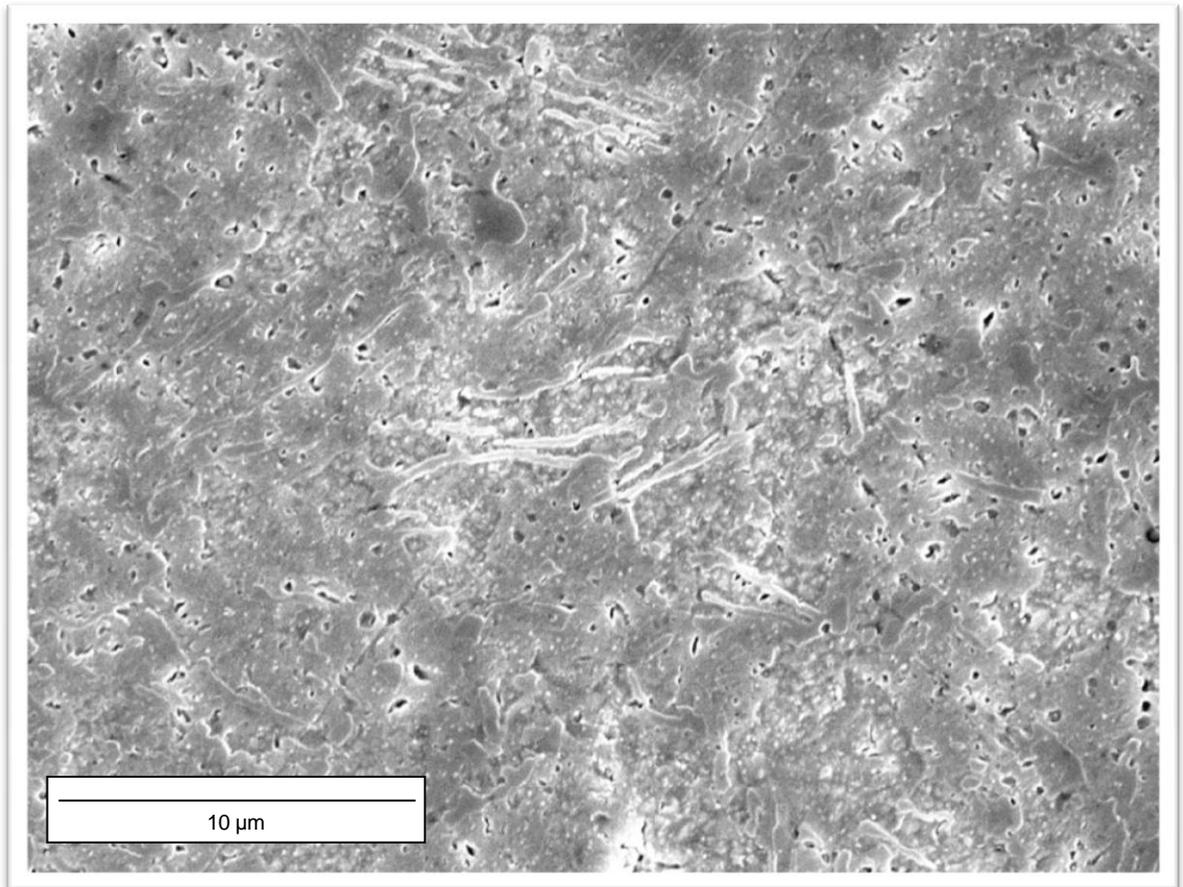


Figura 5.1-3 Imagen SEM de una probeta atacada con vilella. **Tratamiento térmico: 900°C.**

Se usó después nital al 1% (ácido nítrico con etanol) que es un reactivo muy común en la observación de los aceros. Además, es más indicado para revelar el borde de grano ferrítico. Sin embargo, el ataque no era homogéneo y el tiempo de este era difícil de controlar, por lo que no se pudo determinar la microestructura. Esto probablemente se debe al del alto porcentaje de carbono contenido en el polvo utilizado, la presencia de porosidad y el pequeño tamaño de grano ferrítico.

Finalmente, el ataque elegido fue el picral que permitió observar la deformación durante los ensayos de compresión mediante la orientación de la cementita. La solución utilizada lleva 1g de ácido pícrico por 100mL de etanol. Los tiempos de ataque eran de 14s por probeta deformada al 60% y aumentaban para aquellas de 40 y 20%.

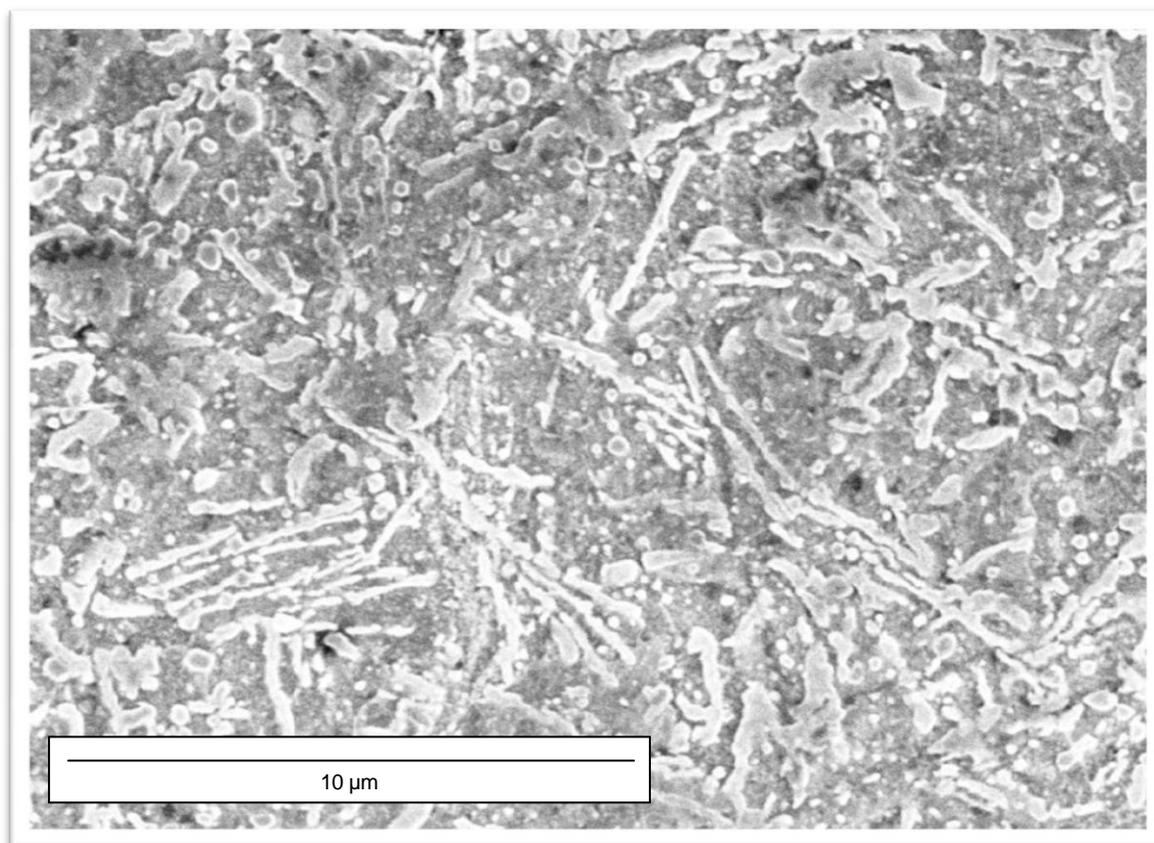


Figura 5.1-4 Imagen SEM de una probeta atacada con Nital. **Tratamiento térmico: 825°C.**

El tiempo de ataque es menor cuanto más deformado por la acumulación de defectos en el material (Cf. Tabla 5.1-2). Y por otro, el reactante tiene menos cementita que atacar lo que hace la reacción necesaria para observar la microestructura más rápida. Cabe destacar que este fenómeno solo se observa en la cara transversal. Se explica esto ya que la ferrita tiende a deformarse mucho más fácilmente que la cementita; de hecho, a medida que la matriz se va deformando, la cementita se desolidariza de ella. Esto se pudo confirmar con la observación de las caras superiores de las probetas: gracias a la presencia del teflón para disminuir el rozamiento, esas caras se pueden deformar más fácilmente y son las partes en donde suele notarse un poco menos de cementita.

Tasa de deformación.	80%	60%	40%	20%	0%
Tiempo de ataque	12s	14s	16s	18s	20s

Tabla 5.1-4 Evolución del tiempo de ataque con la tasa de deformación



5.1.3 Microestructura inicial.

5.1.3.1 Probetas de compresión.

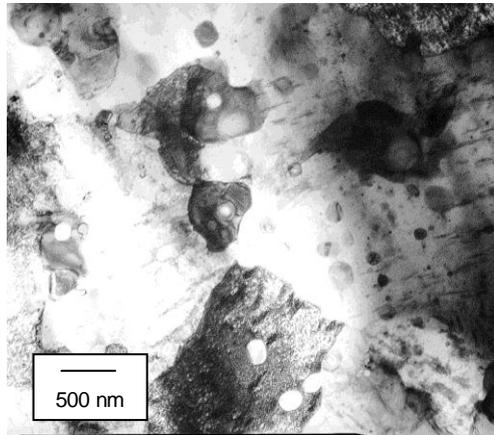


Figura 5.1-5 Imagen TEM.

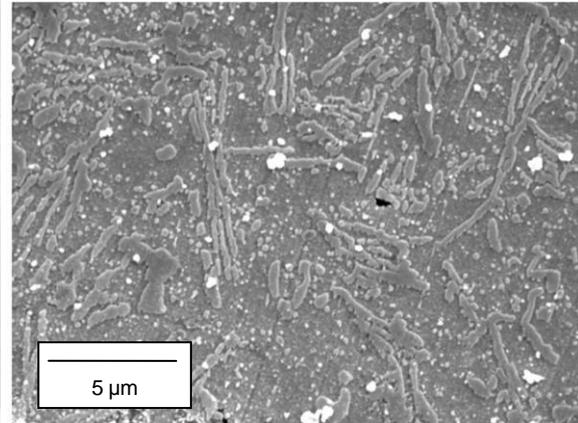


Figura 5.1-6 Imagen SEM.

Como se dijo antes, las probetas destinadas a los ensayos de compresión fueron compactadas a 460°C y tratadas posteriormente a 775°C. La microestructura se muestra en las figuras 5.1.5 y 5.1.6.

El tamaño de grano que se calculo mediante TEM fue 900 ± 600 nm.

Observando las fotografías, se tiene la impresión que este material está constituido por una matriz de ferrita en la cual están dispersos precipitados de cementita. Esto podría significar que la cementita no solo se precipita en el límite de grano sino que también dentro de los granos, debido al tamaño reducido de estos; lo que explicaría en parte la escasez de definición de los límites de granos.

5.1.3.2 Probetas de tracción.

- *Compactos 460°C*

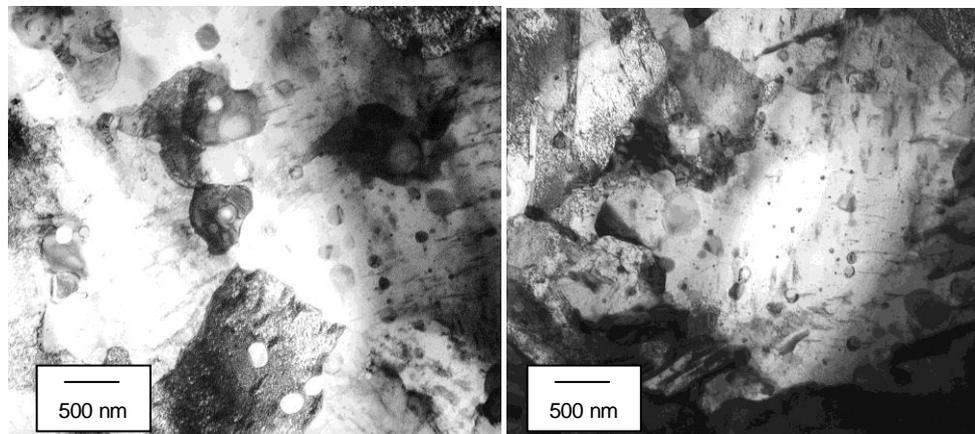


Figura 5.1-7 Imágenes TEM de probetas tratadas a 775 y 825°C

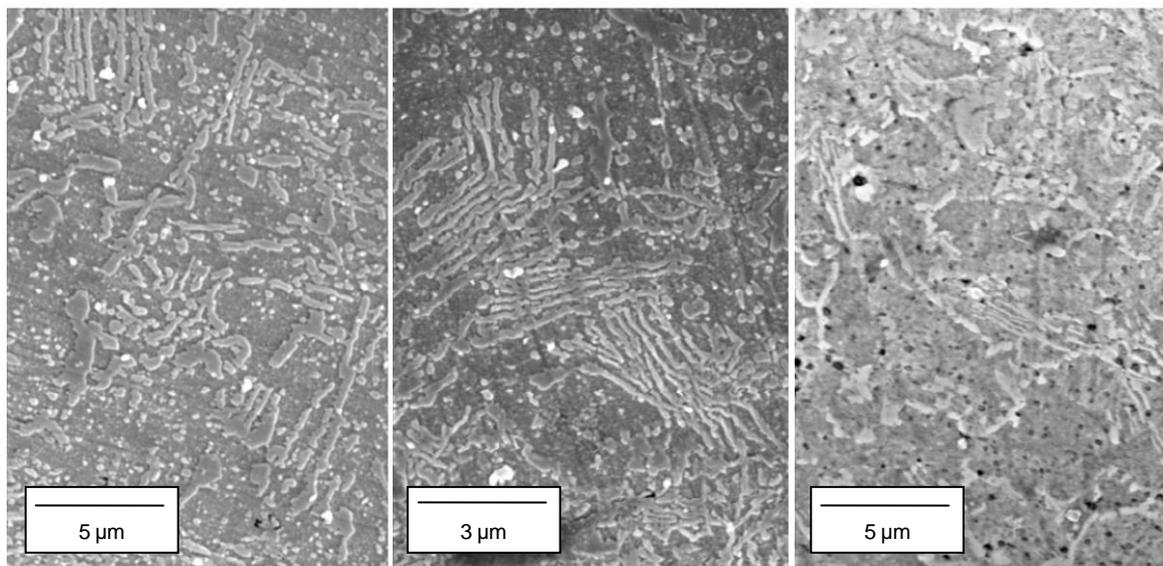


Figura 5.1-8 Imágenes SEM de probetas tratadas a 775, 825 y 875°C

Compactos a 460°C y tratamiento posterior de	775°C	825°C	875°C
Tamaño de grano.	0,9±0,6 µm	~1 µm	~1 µm

Tabla 5.1-5 Tamaño de grado calculado mediante TEM.

Cabe destacar aquí la dificultad para obtener una buena estadística debido a la poca superficie que permite observar el TEM y la imposibilidad de ver el grano ferrítico mediante SEM.

- *Compactos 500°C.*

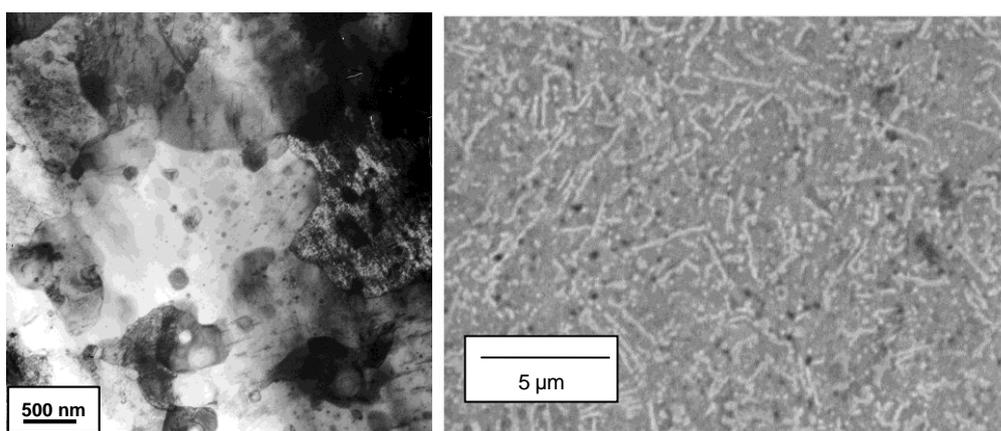


Figura 5.1-6 Imágenes TEM y SEM de probetas tratadas a 775°C

Compactos a 500°C y tratamiento posterior de	775°C	825°C	875°C
Tamaño de grano.	~0,85 µm	~1 µm	~1 µm

Tabla 5.1-7 Tamaño de grado calculado mediante TEM.

Se nota la aparición de una cementita más fina para los compactos realizados a 500°C y tratados térmicamente con posterioridad. De nuevo, la imposibilidad de poder determinar el tamaño de grano mediante SEM hace que el estudio mediante TEM sea a base de pocos granos, por lo que solo se presentan valores promedio. Cabe indicar también que para 825 y 875°C no se pudieron obtener imágenes claras.

- *Comparación de las microestructuras.*

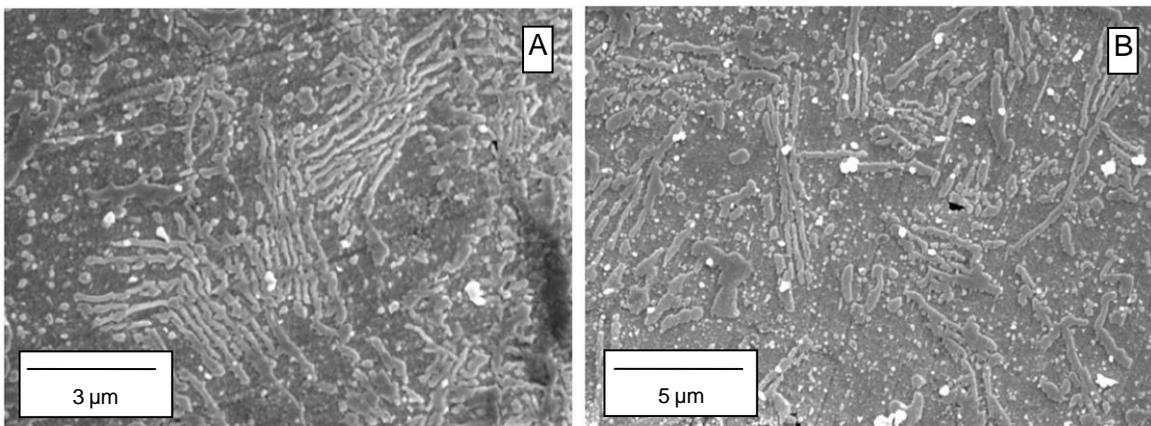


Figura 5.1-9 Probeta sin deformación compactada a **460°C** y tratada térmicamente a **825°C**.

Figura 5.1-10 Probeta sin deformación compactada a **460°C** tratada térmicamente a **775°C**.

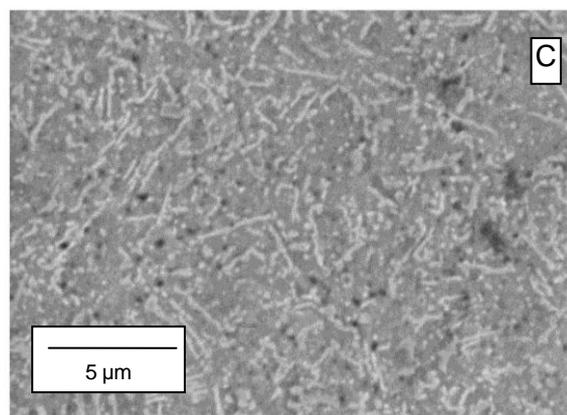


Figura 5.1-11 Probeta sin deformación compactada a **500°C** y tratada térmicamente a **775°C**.

Efecto del tratamiento térmico:

Al observar más en detalle la fotografía 5.1.9, del material compactado a 460°C y tratamiento térmico de 825 °C, se notan largas formaciones de perlita en toda la muestra mientras que en la 5.1.10, el material compactado a la misma temperatura pero con tratamiento térmico de 775 °C esas formaciones se ven más reducidas cada vez.

Esta diferencia entre las fotografías a y b se explica por el tratamiento térmico de mayor temperatura que ha permitido una mejor difusión del carbono y formación de la perlita lamelar.

Cabe destacar también la diferencia de escala entre la primera fotografía y las otras que subraya la finura de la estructura perlítica. Se puede suponer que la presencia de ella implicaría una mejora de las propiedades mecánicas.

Efecto de la temperatura de consolidación:

Entre las fotografías 5.1.10 y 5.1.11 se nota también una diferencia de diferencia de tamaño y anchura de los precipitados de cementita que tiene la misma explicación: al tener una temperatura de compactación mayor, el carbono se puede difundir mejor y así formar precipitados de cementita mucho más finos y menos redondos.

Estos pueden actuar entonces de manera similar a las agujas de grafito en las fundiciones de metal y entonces dar un comportamiento más frágil al material.

5.2 Evolución de la microestructura con varias tasas de deformación.

Los compactos que fueron usados para este estudio han sido compactados en caliente a 460°C y tratados térmicamente a 775°C con un polvo de hierro con un contenido en carbono del 0,6%. Los ensayos se desarrollaron con una tasa de deformación de 10^{-4} s^{-1} . Las probetas fueron deformadas hasta tasas respectivas de 0%; 20%; 40%; 60%; 80% y luego cortadas diametralmente por la mitad con el objetivo de analizar la evolución de la microestructura a lo largo de la cara longitudinal y transversal de estos cilindros. Respecto a las fotografías, cabe señalar que sus bordes superiores e inferiores son perpendiculares a la dirección de aplicación de la carga. Cabe subrayar aquí que el análisis es exclusivamente cualitativo y no cuantitativo ya que tal trabajo necesitaría un barrido de toda la superficie de corte.



5.2.1 Ensayos de compresión.

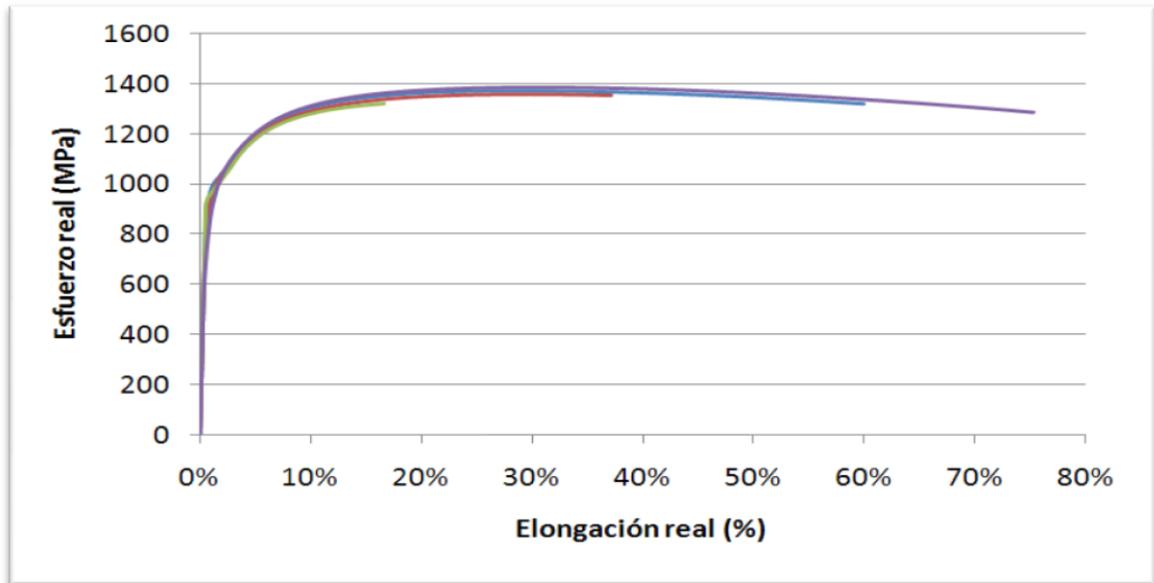


Figura 5.2-1 Superposición de las curvas de deformación.

A primera vista, se nota que los cuatro compactos ensayados han tenido un comportamiento muy parecido a lo largo de cada ensayo de compresión. Estos compactos muestran todos un comportamiento dúctil. Eso se puede explicar por el tratamiento térmico cuya temperatura de 775°C se acerca mucho de la transición austenítica. Se puede suponer entonces que ocurre una transformación parcial de ferrita a austenita durante el tratamiento, por lo que al enfriar la probeta se tiene una ferrita libre de carbono disuelto en su interior y con una estructura relajada que permite la deformación plástica.

5.2.2 Valores del ensayo.

$\varepsilon_{\text{deseado}}$	Compacidad	Hv Antes Tratam.	Hv Después Tratam.	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	$\sigma_{\text{alcanzado}}$ (MPa)	$\varepsilon_{\text{alcanzado}}$ ($\frac{\text{mm}}{\text{mm}}$)
20%	97,2%	794±14	388±13	947	1321	16,6%
40%	97,6%	786±21	392±25	817	1360	37,1%
60%	96,1%	792±14	411±5	917	1374	59,9%
80%	97,4%	NA	427±16	747	1388	75,3%

Tabla 5.2-1 Resumen de los compactos de tracción

Se nota en la tabla que los varios compactos utilizados aquí tienen propiedades mecánicas muy similares lo que facilitara la interpretación de las micromorfologías. Cabe destacar también que aunque no tengamos los valores precisos de deformación que se querían obtener, esas son bastante lejanas las unas de las otras para observar una evolución significativa de la microestructura. Se puede explicar este fenómeno por el hecho que aunque el software nos de los valores de deformación real, tuvimos que corregirlos por culpa del modulo elástico que no era lo correcto en las curvas.

5.2.3 Análisis de la microestructura a diferentes grados de deformación.

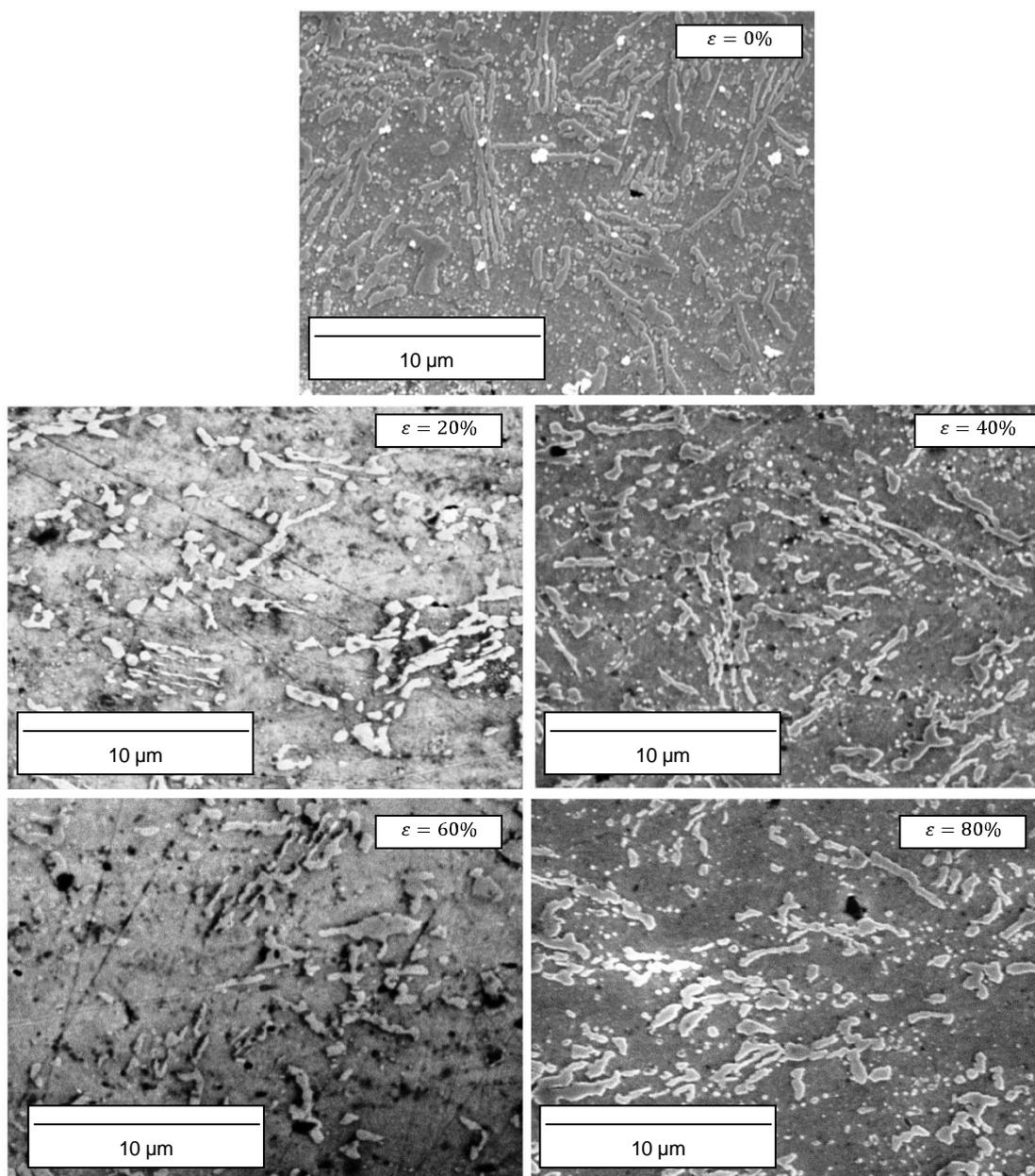


Figura 5.2-2 Evolución de la microestructura a distintos grados de deformación.



Se nota que la cementita se alinea gradualmente de manera perpendicular a la dirección de aplicación de la carga, siguiendo el flujo de materia que se adivina intuitivamente. La materia va a fluir en el sentido del gradiente de presión que se cree entre el eje y la periferia del radio del cilindro (cono de compresión).

En efecto, la fuerza aplicada en un punto de la superficie se va a repartir entre dos componentes: una axial y la otra radial debida al par que existe por la distancia hasta el centro del cilindro. Eso implica un esfuerzo menor en las zonas lejanas del eje x.

5.3 Test de tracción.

Para estos ensayos se prepararon seis compactos de los cuales sacamos dos probetas de cada uno gracias a un proceso de electroerosión. De esos seis, tres fueron compactados a una temperatura de 460 °C y otros tres a 500 °C. En cada serie, se hicieron tratamientos térmicos de 775, 825 y 875°C.

A continuación presentamos una tabla que resume la totalidad de los resultados:

Temp. Compactación (°C)	Tratamiento térmico (°C)	Compacidad	Hv	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	σ_{max} (MPa)	ε_{max} ($\frac{mm}{mm}$)
460	775	96,3%	426±9	1141	1453	3,4%
460	825	94,1%	450±17	1062	1273	1,8%
460	875	96,8%	385±10	1026	1136	1,9%
500	775	95,8%	390±12	NA	918	0,6%
500	825	94,9%	402±11	929	949	0,9%
500	875	94,7%	378±6	940	1054	1,5%

Tabla 5.3-1 Resumen de los resultados de microtracción

Vemos por las durezas que las probetas de 500°C son un poco menos duras que las de 460°C. Dentro de una misma serie, la dureza no varía para los tratamientos de 775 y 875°C aunque parece más baja en 875°C.

Cabe recalcar que compararemos los resultados a una probeta de referencia constituida de F-115 cuya composición química es muy cercana a la de nuestro polvo. Podremos así ver en que medida esta técnica mejora las propiedades mecánicas respecto a una elaboración "clásica".

5.3.1 Probetas compactadas a 460°C.

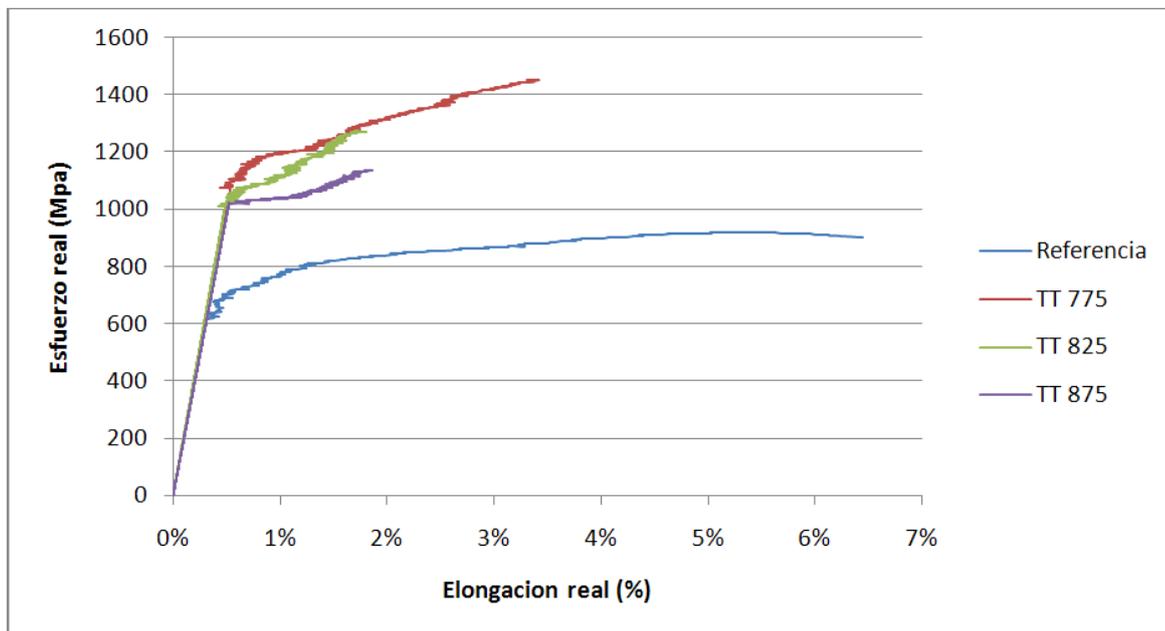


Figura 5.3-2 Curvas de microtracción de las probetas compactadas a 460°C

Las probetas compactadas no tienen mucho endurecimiento por deformación pero existe un gran aumento de la resistencia mecánica. Este es el comportamiento esperado para aceros con tamaño de grano ultrafino.

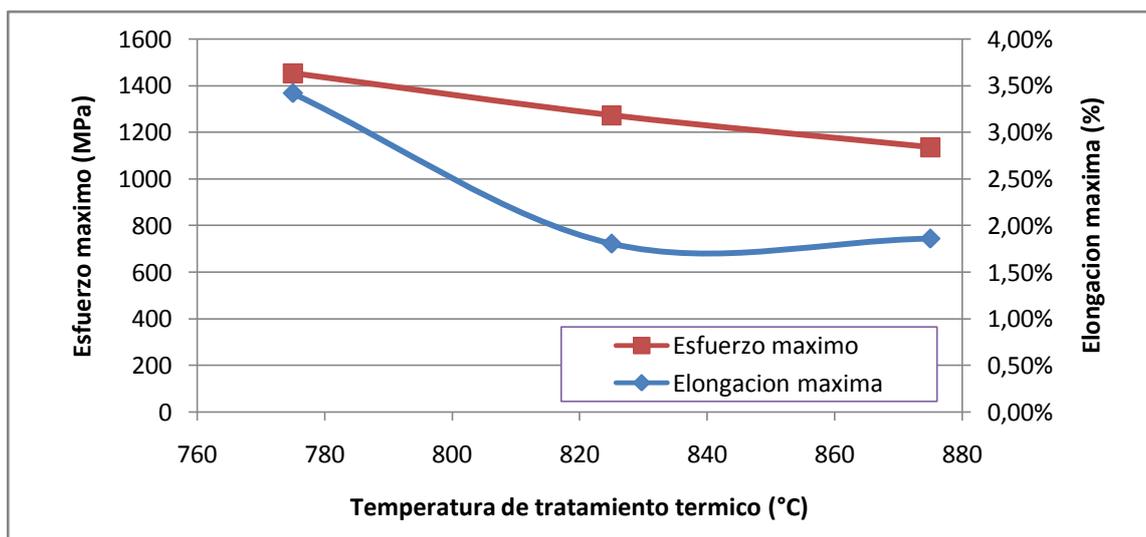


Figura 5.3-3 Evolución en función de la temperatura de los compactos de 460°C.



Respeto a la influencia de los tratamientos térmicos, podemos decir que la resistencia está ligada también al crecimiento de grano. Tal como se ve en la gráfica, cuanto menor sea la temperatura de tratamiento térmico, mayor es el σ_{max} . El alargamiento no parece seguir el mismo comportamiento que los aceros clásicos ya que el tratamiento de menor temperatura ofrece el ϵ_{max} . Para confirmar este comportamiento analizaremos las superficies de fractura. De todas formas, este fenómeno se puede explicar ya sea, por la presencia de defectos que ayudaron a una rotura prematura o por una cohesión insuficiente del polvo compactado. Esta hipótesis parece bastante viable visto que los valores de deformación permanecen bastantes bajos ($\sim 1,8\%$) para dichas temperaturas de tratamientos térmicos.

5.3.2 Probetas compactadas a 500°C.

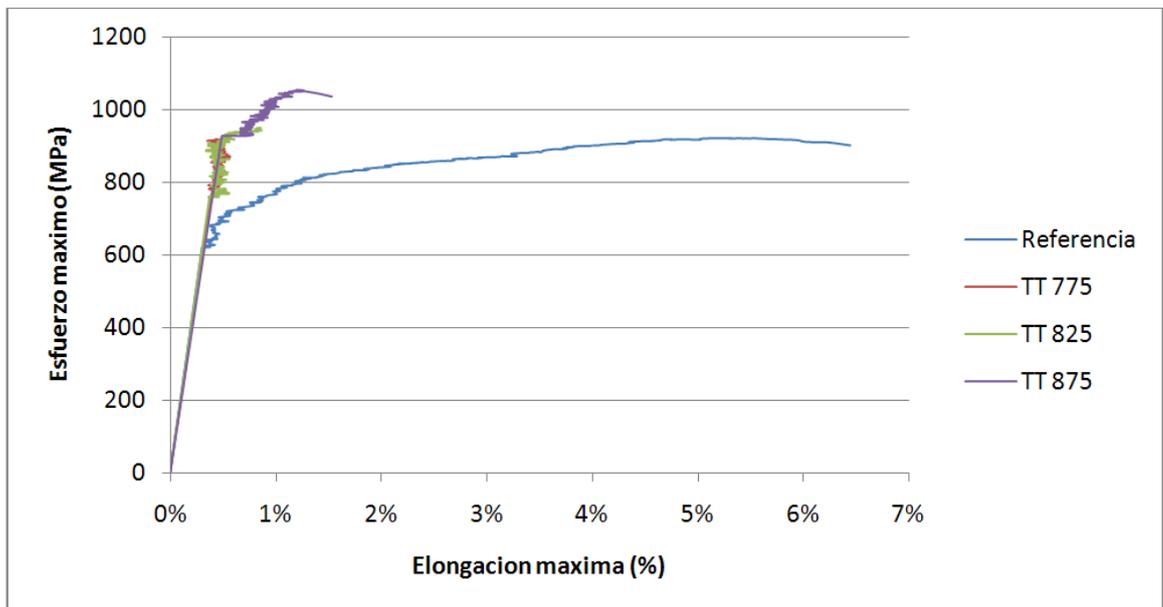


Figura 5.3-4 Curvas de microtracción de las probetas compactadas a 500 °C

Tal como se ve en el gráfico, las probetas compactadas a 500°C y con tratamiento térmico casi no tienen deformación plástica y los puntos de medidas son muy dispersos. Las fracturas han sido todas muy frágiles y con σ_{max} muy bajas. Se esperaba que los valores de ϵ_{max} fueran superiores a las de los compactos de 460°C y que esos compactos tuvieran un comportamiento más dúctil debido al hecho que fueron sinterizados a una temperatura mayor. Sin embargo, observamos alargamientos menores al 1%

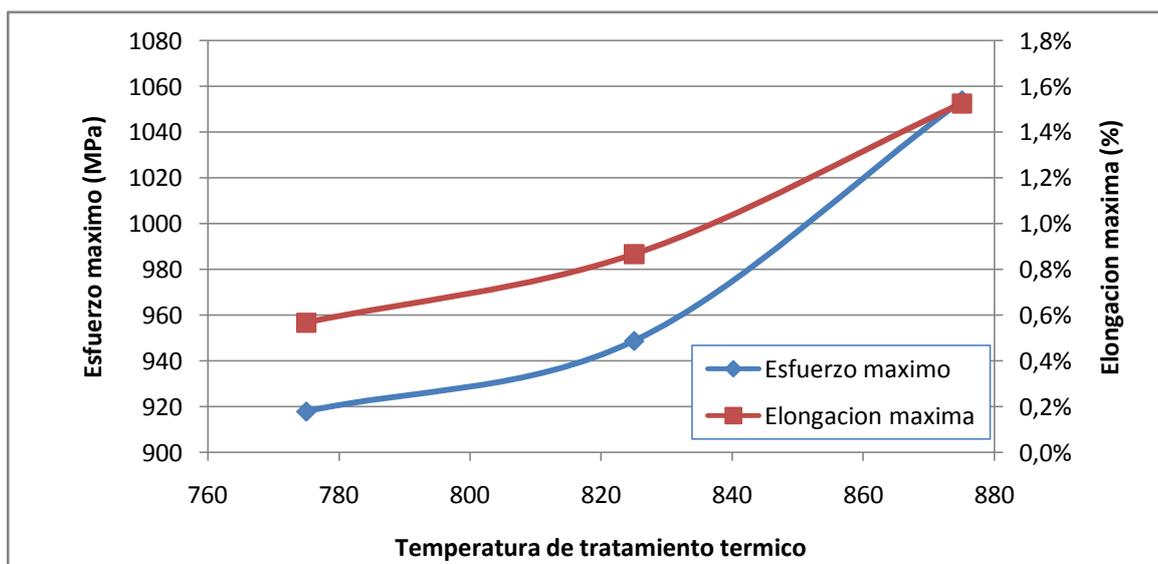


Figura 5.3-5 Evolución en función de la temperatura de los compactos de 500°C.

Este comportamiento se podría explicar por un error en el tratamiento térmico, pero las tablas de durezas 5.3-1 muestran que no fue el caso. Otra explicación sería la presencia de cavidades debidas a la relativa porosidad del material que han podido actuar como iniciadores de fractura. Esta hipótesis podría explicar también las inestabilidades mecánicas señaladas en las medidas.

5.3.3 Comparación respecto al acero F-115 de referencia.

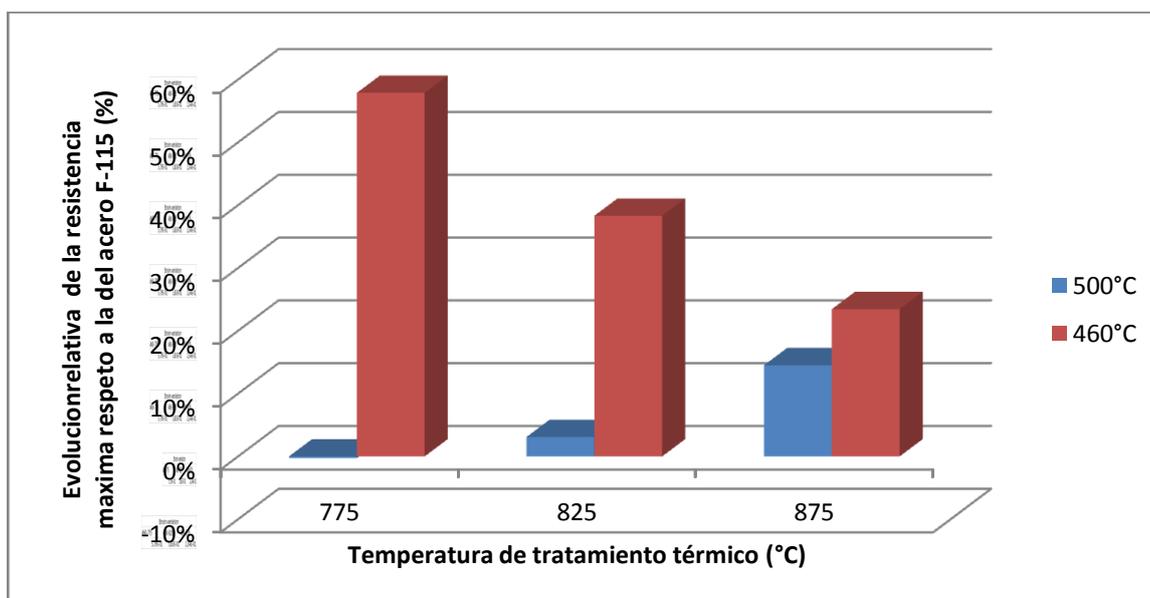


Figura 5.3-6 Evolución relativa respecto a la referencia de la resistencia máxima



Si se observa la evolución relativa de la resistencia máxima:

- Por un lado se nota que los valores de los compactos de la serie de 460 presentan una mejora importante de la resistencia (entre un 60 y un 20% según el tratamiento posterior), cabe destacar también que los tratamientos térmicos posteriores tienen el efecto esperado: cuanto mayor sea esa temperatura, menor se hace la resistencia máxima.
- Por otro lado, se ve que los compactos tratados de la serie 500 a 775 y 825°C tienen básicamente las mismas propiedades que el acero original mientras que en el tratado a 875°C se nota una mejora comparable al que fue obtenido en la serie 460 tomando en cuenta la diferencia de temperatura de compactación.

Eso confirma la idea que los resultados obtenidos con esas dos probetas no se pueden tomar en cuenta.

Esos ensayos se tendrán que repetir con el segundo juego que dieron los discos.

5.3.4 Discusión sobre los resultados de los ensayos de tracción.

Cabe recalcar que los resultados se podrían mejorar aumentando el radio de curvatura de la unión entre la cabeza y la sección reducida de la probeta manteniendo la longitud de esta.

De hecho, en estas probetas dicho radio es casi nulo, lo que hace que esa zona pueda actuar como un concentrador de tensiones. Este aspecto se verificó al romper la mayoría de las probetas en ese punto.

Otro punto de mejora podría ser el cambio del método de fijación de las probetas a la máquina de tracción ya que, como lo hemos visto el ensayo sufre de una fase de acomodación, lo que podría alterar los resultados. Esto se podría lograr eligiendo por ejemplo un sistema de fijación por fricción.

5.4 Fractografía

A continuación se analizan las superficies de fractura de las probetas de tracción previamente ensayadas.

Cabe recalcar aquí que todas las fracturas ocurrieron en regiones muy cercanas del radio de curvatura.

De esta manera no se han calculado ni la reducción de área ni el alargamiento a rotura.

- Consolidado compactado 460°C y tratado a 775°C

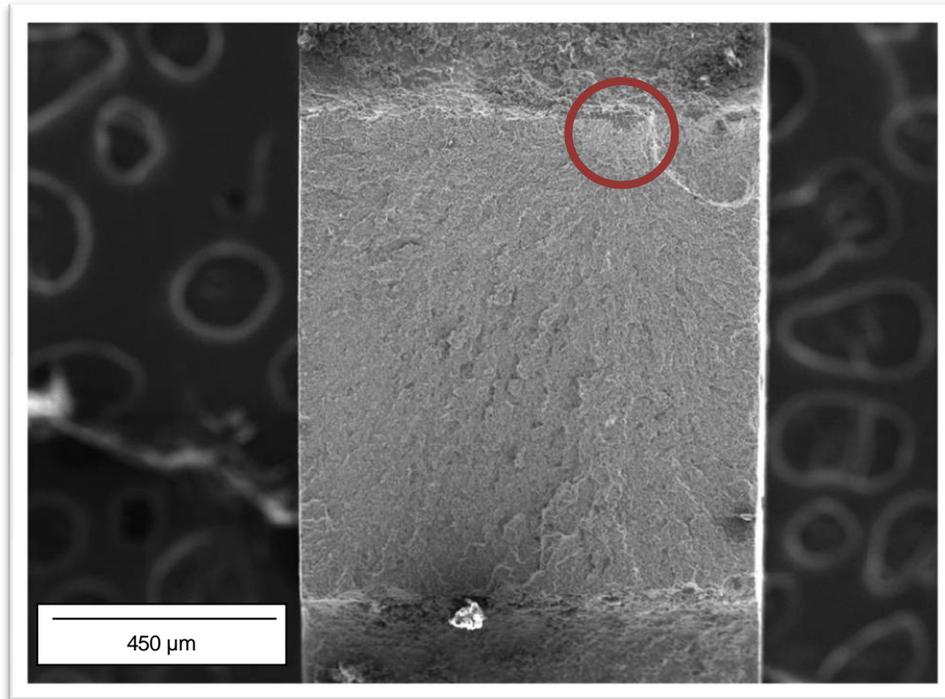


Figura 5.4-1 Consolidado compactado a 460°C y tratado a 775°C

El **punto de inicio de la fractura** se distingue muy claramente ya que se ve trayectos de grietas dentro del material que irradian de él.

El estado de superficie indica la presencia de clivaje transgranular, lo que indica una fractura frágil.

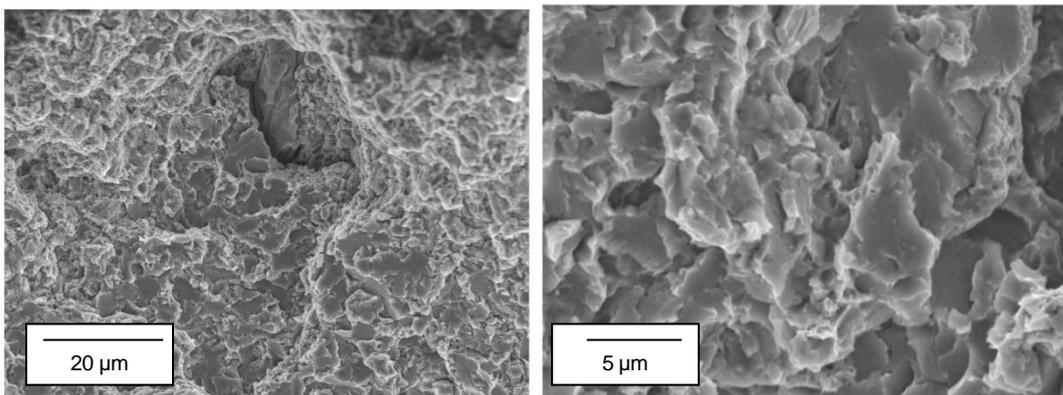


Figura 5.4-2 Clivaje transgranular y microvacíos

Consolidado compactado 460°C y tratado a 825°C

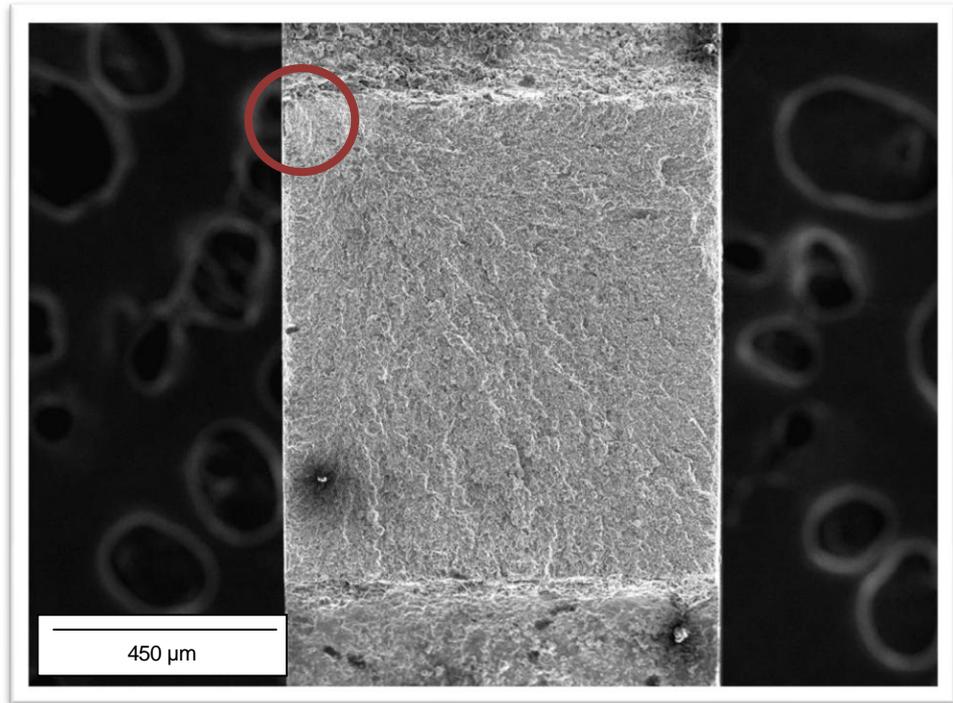


Figura 5.4-3 Consolidado compactado a 460°C y tratado a 825°C

Como en el caso anterior, el *punto de inicio de la fractura* se nota fácilmente. Sin embargo, la superficie parece un poco más rugosa.

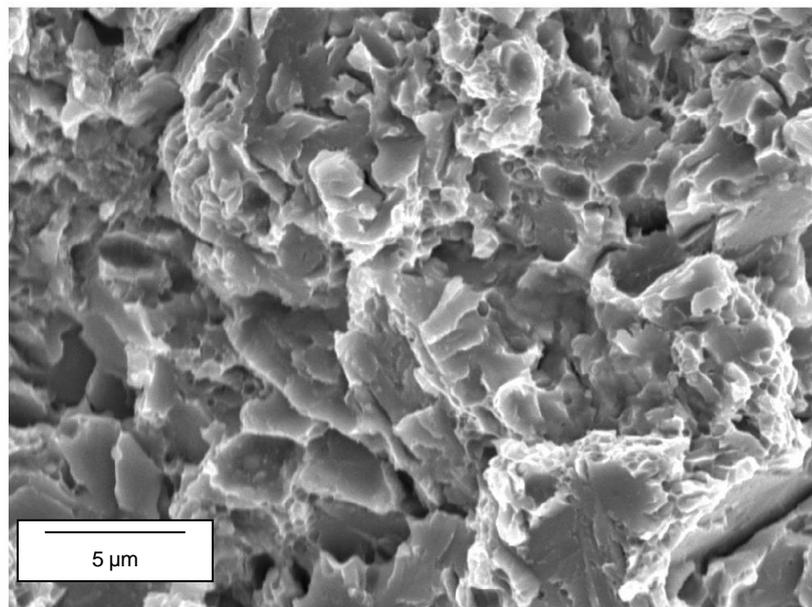


Figura 5.4-4 Clivaje transgranular

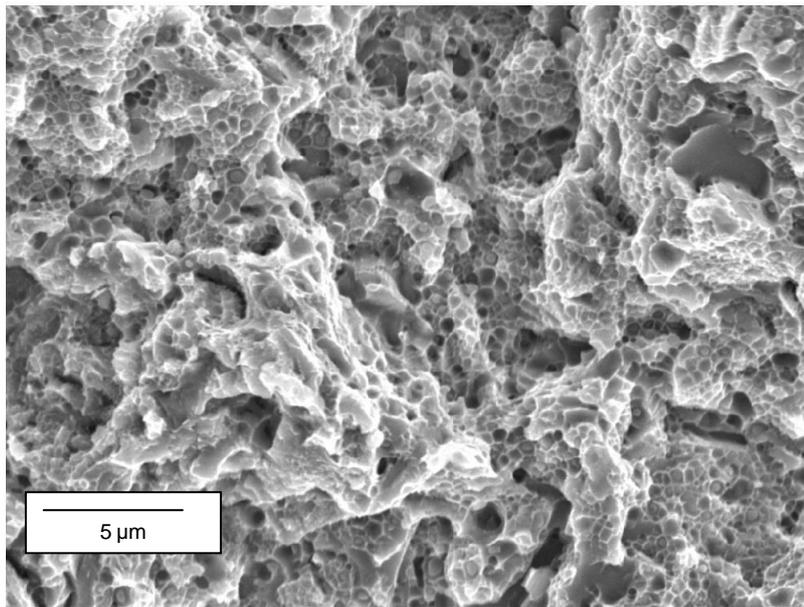


Figura 5.4-5 Microvacíos

La mayor rugosidad aparente se explica por la presencia de microvacíos en la superficie. Son usualmente signo de fractura dúctil.

Hay indicios de pequeños fenómenos de ductilidad que no se han podido verificar en el ensayo de tracción debido a la fractura prematura.

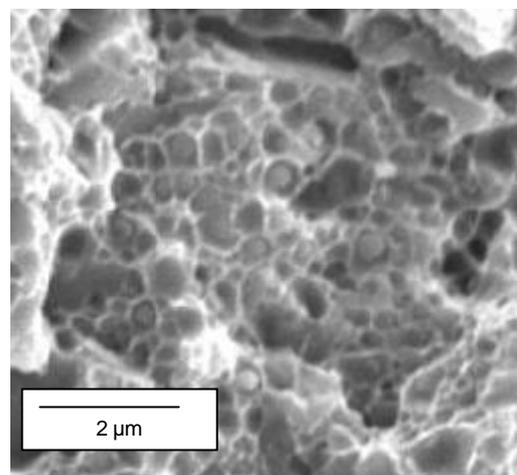


Figura 5.4-6 Ampliación de la foto anterior mostrando partículas de cementita dentro de los microvacíos.

- *Consolidado compactado a 460°C y tratado a 875°C*

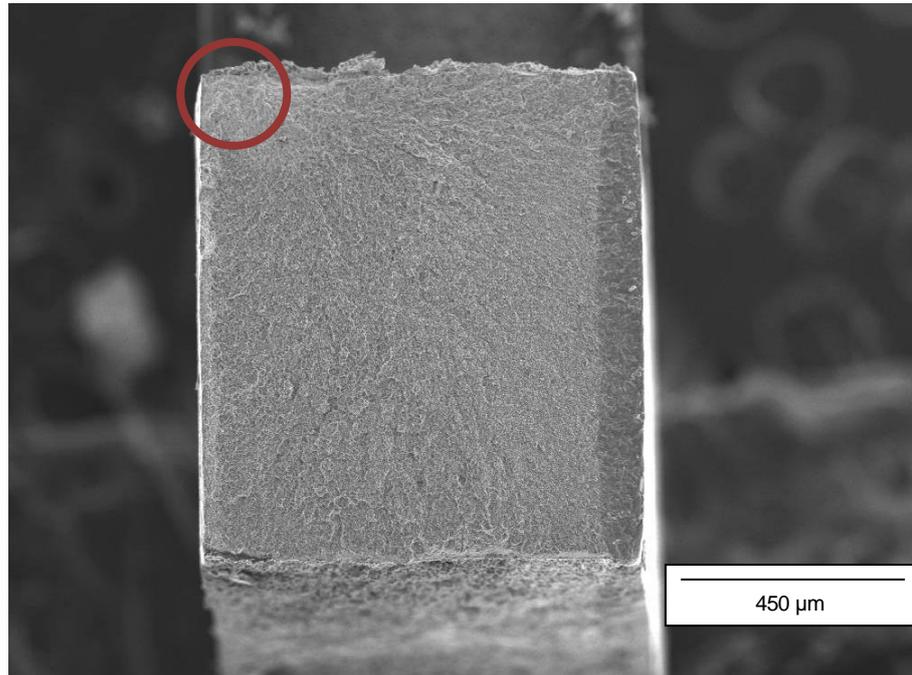


Figura 5.4-7 • Consolidado compactado **460°C** y tratado a **875°C**

Según los mismos criterios que antes, situamos el **punto de inicio de la fractura**.

La superficie de fractura se parece bastante a la de la primera probeta; sin embargo las dos zonas presentadas a bajo son las mismas que en la probeta tratada a 775°C. También se encuentran algunas zonas donde se observan pequeñas zonas con microvacíos.

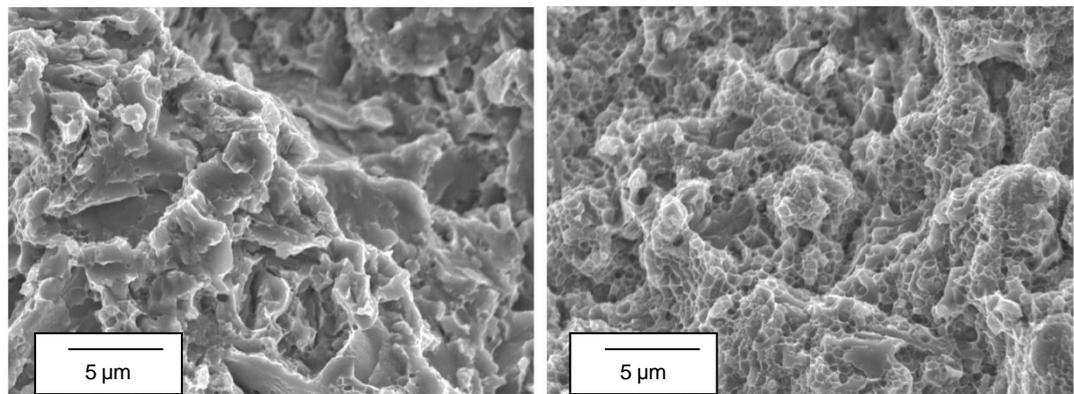


Figura 5.4-8 Clivaje transgranular y microvacíos

- Consolidado compactado a 500°C y tratado a 775°C

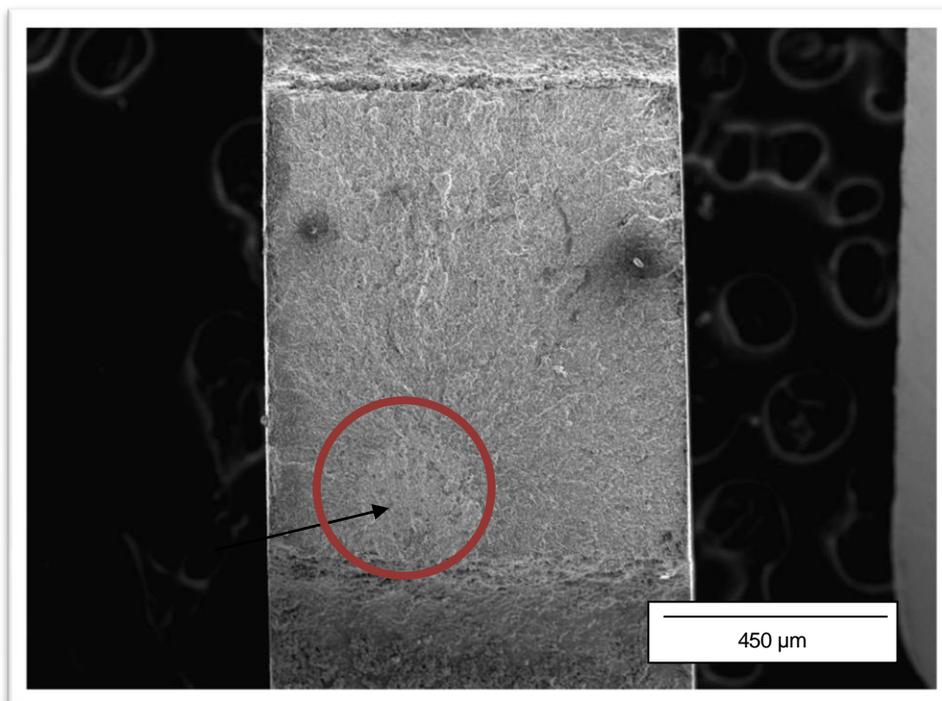


Figura 5.4-9 • Consolidado compactado 460°C y tratado a 875°C

El **punto de inicio de la fractura** es aquí bastante extendido ya que el área tiene el mismo aspecto. Parece que la fractura se difundió muy rápidamente lo que puede explicar la fractura muy prematura de la probeta (0,5%).

Esto puede ser debido a un defecto o una impureza tal como la señalada en la figura. El aspecto en general vuelve a ser de fractura frágil aunque hay una discreta presencia de zonas donde se observan microvacíos.

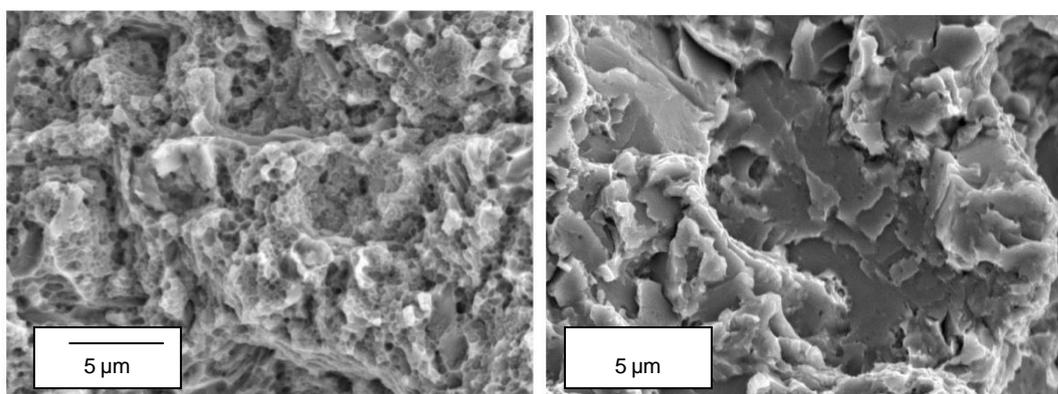


Figura 5.4-10 Clivaje transgranular y microvacíos

- *Consolidado compactado a 500°C y tratado a 825°C*

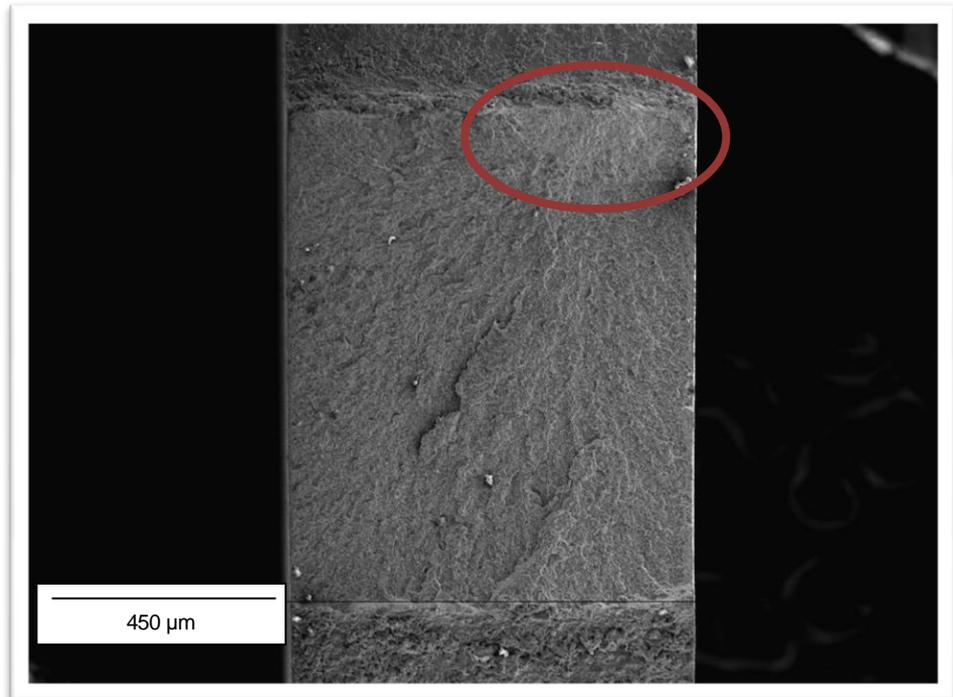


Figura 5.4-11 • Consolidado compactado **500°C** y tratado a **825°C**

La zona de comienzo de la fractura es aquí también bastante extendida, lo que puede explicar una ruptura a tan solo 0,8% de elongación. Respecto al aspecto de la rotura, siguen siendo prácticamente iguales a los del estado anterior.

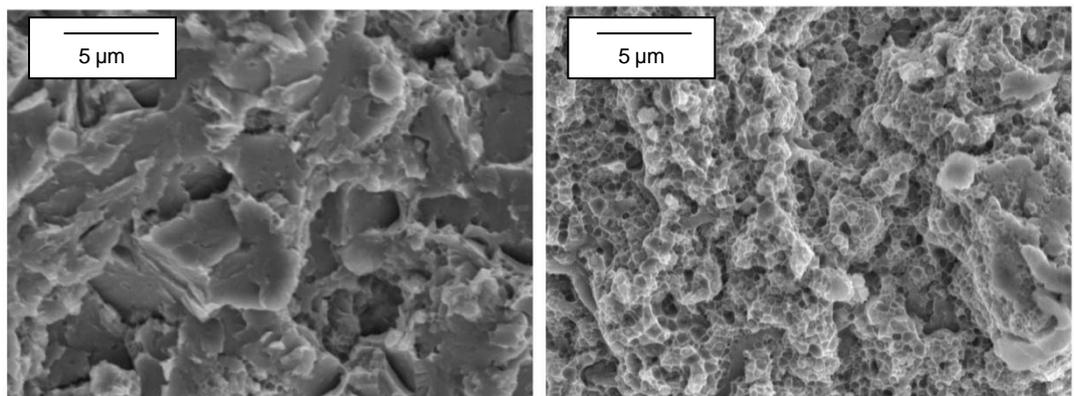


Figura 5.4-12 Clivaje transgranular y microvacíos.

- Consolidado compactado a 500°C y tratado a 875°C

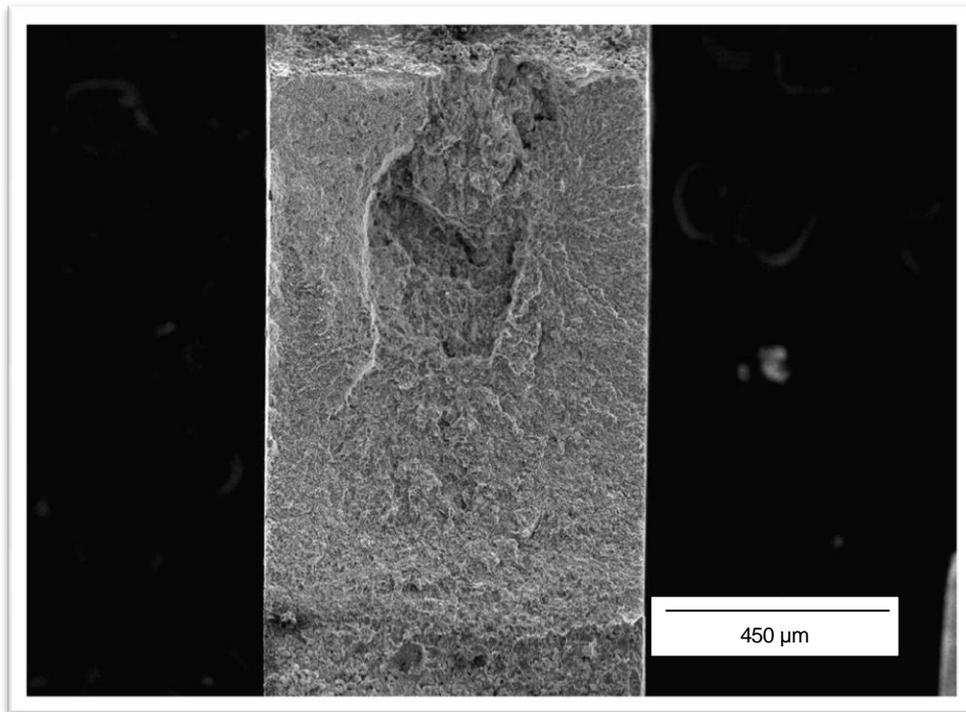


Figura 5.4-13 • Consolidado compactado a 500°C y tratado a 875°C

Esta fractura presenta una morfología bien diferente de las anteriores ya que parece haber un hueco en la probeta donde se inicio la rotura.

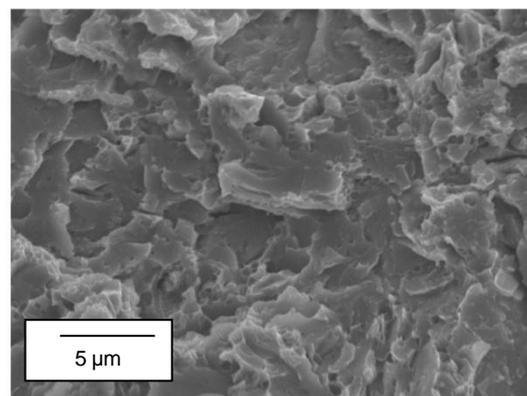


Figura 5.4-14 Clivaje transgranular

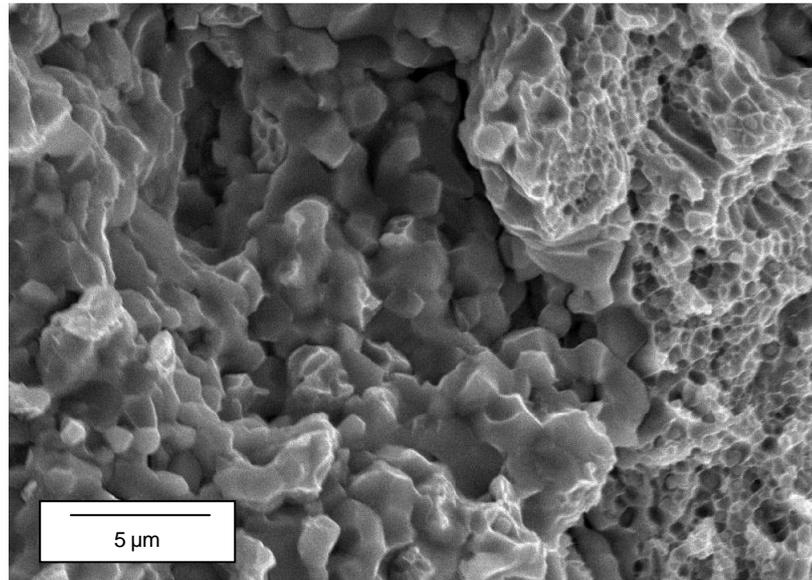


Figura 5.4-15 Porosidad y microvacíos

Si se observa más en detalle esa cavidad, se distingue partículas de polvo ligadas y con sus superficies intactas. Se puede deducir de eso que aquí había una porosidad que actuó como iniciador de la fractura.

Hay zonas con indicios de fractura dúctil, aunque con predominio de las zonas con fractura frágil y presencia de rotura intergranular entre la superficie de las partículas del polvo.

La presencia de microvacíos indica que existen zonas de microplasticidad que no influyen sobre el modo de rotura. Tal mecanismo invalida también una hipótesis que había sido expuesta anteriormente según la cual la rotura prematura de las probetas era debida a una falta de cohesión entre partículas.

5.4.1 Discusión sobre la fractografía.

Para saber si las zonas de microplasticidad pueden tomar más importancia en el ensayo, tocaría cambiar la geometría de las piezas de tal manera que no hayan concentradores de tensiones importantes debido al reducido radio de curvatura en la unión y la sección reducida. Así, se podría también calcular la reducción de área ya que según toda probabilidad la fractura tendría lugar en esa misma sección reducida.

Conclusiones

Se ha podido observar parte de la microestructura inicial y los cambios producidos por la deformación de un acero con grano ultrafino.

En efecto la estructura granular de esos consolidados no ha sido accesible todavía. Sin embargo, la morfología de los precipitados de cementita se descubrió muy claramente. Apareció que es un elemento preponderante en los mecanismos de deformación.

Se observó también poca variación en el tamaño de grano entre 775°C y 875°C para las temperaturas de compactación ensayadas. Como consecuencia, la dureza varía poco significativamente en estos intervalos de tratamiento térmico.

La morfología de la cementita parece más fina y alargada en los tratamientos de compactación a 500°C, lo que podría explicar la mayor fragilidad en los ensayos de tracción.

La elaboración de una técnica de análisis de imagen para determinar el contenido en carbono ha dado sus primeros pasos que tendrían que ser completados por un estudio más profundo variando algunos parámetros para verificar que la geometría de los precipitados de cementita no influye en el resultado final.

Las pruebas de microtracción han mostrado un aumento significativo de las propiedades mecánicas de este acero respecto a otro de misma composición química pero procesado de manera tradicional.

Además en este mismo ensayo, dos mecanismos contradictorios de fractura se revelaron, uno dúctil y el otro frágil. Habrá que hacer algunos cambios en el protocolo experimental para llevar a cabo de manera más satisfactoria esas pruebas y determinar si este material puede tener un endurecimiento por deformación. Parte de la solución para llegar a eso sería cambiar la geometría de las probetas y el sistema de fijación.

Agradecimientos

En primer lugar quisiera agradecer a José María Cabrera por haberme permitido llevar a cabo este proyecto en su grupo de investigación, así como por su ayuda y su amabilidad.

También quisiera agradecer a José Antonio Benito y particularmente a Rodolfo Rodríguez, por haberme enseñado todo lo que aprendí, ayudado en todo momento, y también por la amistad y los buenos momentos que me han brindado, ya sea en el laboratorio o en los múltiples viajes al CTM de Manresa.

Como no agradecer a todos los miembros del departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería metalúrgica de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona (ETSEIB), como son Robert, Nayar, Mohamed, Gonzalo, entre otros, por haberme ayudado en todo momento y por facilitarme mi adaptación dentro del grupo de trabajo.

Quisiera tener también un pensamiento por mi escuela de origen el INSA de Toulouse que me ha permitido venir a Barcelona con el fin de acabar mi carrera y diversificar mis competencias.

Por último, lo más importante, agradecer y dedicarles este trabajo a mi familia y mis amigos, que siempre me han apoyado y sin los cuales nada de lo que haría tendría sentido.

Muchas Gracias! Moltes Gràcies!

Bibliografía

- [1] MA, E., Four Approaches to improve the Tensile ductility of High-strength Nanocrystalline Metals, Journal of Materials Engineering and performance, 2005, p. 430-434
- [2] KOCH, C.C., J. Met. Nanocryst. Mater., Vol 18, 2003, p. 9
- [3] PRADO J.M., CABRERA J.M., BENITO J.A., RODRIQUEZ R., Resistencia mecanica a compresión de hierro nanocristalino consolidado en tibio, Barcelona: ETSEIB – 2006
- [4] MALOW T.R., KOCH C.C., Mechanical Properties, Ductility, and Grain Size of Nanocrystalline Iron Produced by Mechanical Attrition, Metallurgical and Materials Transactions, Sep 1998, 29A, p.2285
- [5] Askeland, DONALD R.: Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Editorial Iberoamericana, México DF, 1987.
- [6] Callister, WILLIAM D.: Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales, Editorial Reverté, Barcelona, 1983
- [7] GOMEZ, D. Proyecto Final de Carrera, EUEIB, UPC Barcelona 2006.
- [8] Morral, F.R. / Jimeno, E / Molera, P.: Metalurgia General, Editorial Reverté, Barcelona, 1982