

**UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID**

**ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR**

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química



**DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN  
DE ACEROS SINTERIZADOS ALEADOS  
CON FÓSFORO Y MOLIBDENO**

**INGENIERÍA INDUSTRIAL  
PROYECTO FIN DE CARRERA**

Leganés, Octubre de 2012

AUTOR:

**ALFONSO NAVARRO LÓPEZ**

Ingeniería Industrial Intensificación Materiales

TUTOR:

**D. JOSÉ MANUEL TORRALBA CASTELLÓ**



# AGRADECIMIENTOS

La finalización de este Proyecto Fin de Carrera no hubiese sido posible sin la ayuda y colaboración desinteresada de todas y cada una de las personas que a continuación citaré y que siempre me han ayudado en todo momento.

En primer lugar, expresar mi más sincero agradecimiento al Dr. José Manuel Torralba Castelló por la dirección de este trabajo a la vez que por tu calidez como persona, tus consejos y la confianza depositada en mí. Desde el primer día en que contacté contigo no dudaste en ofrecerte como mi director de proyecto y en animarme para seguir mi carrera investigadora con la realización de una tesis doctoral.

También dar las gracias a Raquel, Elena y Nerea, del departamento de ciencia e ingeniería de materiales, por estar siempre disponibles cuando he necesitado vuestra ayuda, por vuestra paciencia y por los buenos consejos que me habéis dado durante estos meses.

Por último, mi mayor agradecimiento es para mi familia y mis amigos pero, especialmente, para mis padres. A ellos, gracias por estar siempre a mi lado cuando os he necesitado y por apoyarme en todas las decisiones que he tomado a lo largo de mi vida. No habría podido llegar hasta aquí sin vuestro sacrificio y esfuerzo para darme la mejor educación posible.

Gracias a todos.



## ÍNDICE

<b>0. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS</b>	<b>5</b>
0.1. MOTIVACIÓN	5
0.2. OBJETIVOS	6
<b>1. PULVIMETALURGIA</b>	<b>8</b>
1.1. INTRODUCCIÓN	8
1.2. ANTECEDENTES HISTÓRICOS [2]	8
1.3. DEFINICIÓN y ETAPAS DEL PROCESO	9
1.3.1. Definición [4]	9
1.3.2. Etapas del proceso [5]	10
1.3.2.1. Obtención del polvo	10
1.3.2.2. Mezclado de los componentes [7]	13
1.3.2.3. Compactación [7]	13
1.3.2.4. Sinterización [7]	15
<b>2. ACEROS PULVIMETALÚRGICOS DE BAJA ALEACIÓN</b>	<b>19</b>
2.1. EVOLUCIÓN HISTÓRICA [3]	19
2.2. EL FÓSFORO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN [6]	22
2.3. EL MOLIBDENO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN [6]	25
<b>3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>31</b>
3.1. INTRODUCCIÓN	31
3.2. MATERIALES	31
3.2.1. Polvo PASC60	31
3.2.2. Polvo Astaloy Mo	34
3.2.3. Grafito	35

# Proyecto Fin de Carrera

---

<b>3.3. PROCESO DE FABRICACIÓN DE PROBETAS</b>	<b>36</b>
3.3.1. Obtención de las muestras	37
3.3.2. Mezclado	38
3.3.3. Compactación	38
3.3.4. Sinterización	40
<b>3.4. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO</b>	<b>41</b>
<b>3.5. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES Y ENSAYOS</b>	<b>42</b>
3.5.1. Determinación de Propiedades Físicas	42
3.5.1.1. Densidad	42
3.5.1.2. Variación dimensional	44
3.5.2. Ensayos Metalográficos	44
3.5.2.1. Preparación de muestras metalográficas	45
3.5.2.2. Estudio microestructural	46
3.5.3. Ensayos Mecánicos	47
3.5.3.1. Ensayos de dureza	47
3.5.3.2. Ensayos de tracción	49
<b>4. RESULTADOS</b>	<b>52</b>
<b>4.1. FABRICACIÓN DE PROBETAS</b>	<b>52</b>
<b>4.2. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO</b>	<b>53</b>
<b>4.3. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES Y ENSAYOS</b>	<b>56</b>
4.3.1. Determinación de Propiedades Físicas	56
4.3.1.1. Densidad	56
4.3.1.2. Variación dimensional	58
4.3.2. Ensayos Metalográficos	60
4.3.2.1. Estudio microestructural	60
4.3.3. Ensayos Mecánicos	73
4.3.3.1. Ensayos de dureza	73
4.3.3.2. Ensayos de tracción	75
<b>4.4. COMPARACIÓN DE PROPIEDADES CON OTROS ACEROS PM</b>	<b>81</b>

<b>5. CONCLUSIONES GENERALES</b>	<b>88</b>
<b>6. LÍNEAS FUTURAS DE TRABAJO</b>	<b>91</b>
<b>7. BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>93</b>
<b>7.1. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>93</b>

# **CAPÍTULO 0: MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS**

## 0. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

### 0.1. MOTIVACIÓN

En la actualidad, los aceros sinterizados de baja aleación tienen como principal aplicación la industria del automóvil, en la cual se han de conseguir altas series de producción con una relación prestaciones/precio suficientemente favorable como para poder mantenerse en un mercado tan competitivo como el del sector automovilístico. Esta competencia es la que está llevando a que se intensifiquen los esfuerzos en aumentar las prestaciones y reducir los costes de los aceros sinterizados [1].

Las propiedades y prestaciones de estos aceros dependen, al igual que en cualquier otro material de ingeniería, de su composición y procesado. Por ello, las investigaciones más recientes se centran en introducir mejoras en dos direcciones: por una parte, diseñar sistemas de aleación más competitivos, ya que el problema de los aceros sinterizados radica en la cantidad y precio de sus elementos de aleación y, por otra parte, obtener rutas de procesado que permitan mejorar la densidad de los componentes, como por ejemplo, con la sinterización a alta temperatura y/o presencia de fases líquidas. [1]

En este proyecto, se pretenden encontrar alternativas que supongan un menor coste sin que ello repercuta en las prestaciones de este tipo de aceros, es decir, encontrar aceros sinterizados con propiedades similares a aquéllos que son más habituales y empleados en el mercado, intentando reducir el contenido de elementos aleantes en ellos para así, conseguir una reducción de los costes de fabricación.

## 0.2. OBJETIVOS

El objetivo principal de este proyecto es diseñar nuevos aceros sinterizados, aleados con bajos contenidos de fósforo (P) y molibdeno (Mo), y caracterizar desde el punto de vista mecánico y microestructural a los mismos, con el objetivo de encontrar materiales competitivos y menos costosos que puedan competir con aquéllos que, actualmente, son más utilizados en el mercado.

Este objetivo general se complementa con otros objetivos secundarios, pero no por ello menos importantes, que se indican a continuación:

- ✓ Obtener seis tipos de aceros distintos en cuanto a composición, trabajando con diferentes contenidos en carbono y elementos aleantes. En este caso, se emplearán diferentes tipos de polvos fabricados por la empresa sueca Höganäs AB con pequeños contenidos en elementos de aleación, siendo éstos un polvo prealeado con un 1,5% de molibdeno y un polvo con partículas de ferrofósforo (0,6% de fósforo) predifundidas.
- ✓ Estudiar los efectos de la temperatura de sinterización en las propiedades físicas y mecánicas de los aceros fabricados. Para ello, cada tipo de acero se sinterizará a dos temperaturas distintas: 1100 °C y/o 1200 °C.
- ✓ Estudiar las propiedades mecánicas de los aceros desarrollados, para lo cual se realizarán ensayos de tracción y dureza.
- ✓ Realizar un estudio metalográfico de todos los aceros fabricados para conocer su estructura y poder correlacionarla con las propiedades obtenidas.

# **CAPÍTULO 1: PULVIMETALURGIA**

## 1. PULVIMETALURGIA

### 1.1. INTRODUCCIÓN

Existen numerosas tecnologías para la fabricación de diversas y diferentes piezas pero la Pulvimetalurgia (PM) destaca entre todas ellas, siendo una de las tecnologías de fabricación de materiales más importante que se pueden emplear en la actualidad.

Esto se debe a que la pulvimetalurgia presenta una gran facilidad para fabricar piezas de formas complejas, con excelentes tolerancias y de alta calidad, a un coste relativamente bajo. Consecuentemente, esta tecnología de procesado está creciendo de forma continua y reemplazando métodos más tradicionales como el moldeo, la extrusión o el mecanizado.

Además, la pulvimetalurgia es un proceso de manufactura flexible capaz de entregar un rango amplio de nuevos materiales, microestructuras y propiedades. Todo esto, crea un nicho único de aplicaciones para la PM que hace que el uso de esta tecnología continúe expandiéndose y su crecimiento sea mucho más rápido que cualquier otro método de procesado.

### 1.2. ANTECEDENTES HISTÓRICOS [2]

Los antecedentes históricos de la aplicación de la sinterización, y en consecuencia, de la pulvimetalurgia, se encuentran en Egipto, 3000 años a.C., con piezas de hierro, y en las civilizaciones precolombinas con la obtención de adornos de oro a partir de granos de oro y plata como ligante. Incluso la célebre columna de Delhi de 6,5 toneladas fue fabricada, 300 años d.C., a partir de polvos de hierro reducidos.

En el siglo XIX, la necesidad de aparatos de platino para laboratorio condujo al desarrollo de la precipitación química de polvos y nuevas rutas de consolidación sin el uso de altas temperaturas, lo que provocó un notable desarrollo de la pulvimetalurgia. Sin embargo, el moderno desarrollo de estas técnicas ha sido forzado por la necesidad de fabricar ciertas piezas que no era posible realizarlas por procesos alternativos. Es el caso de la obtención de filamentos para lámparas incandescentes realizados por Coolidge en los inicios del siglo XX a partir de polvos de wolframio.

Por otra parte, la metalurgia de polvos base hierro (PM) comenzó su desarrollo en los años previos a la II Guerra Mundial debido a la creciente ausencia de materias primas, y fue el origen de una nueva familia de materiales, los aceros pulvimetalúrgicos, que, hoy en día, son considerados materiales de altas prestaciones. La industria del automóvil, y más concretamente, General Motors, fue pionera en la introducción y utilización de piezas sinterizadas. La primera de ellas la introdujo en 1937 y fue un engranaje para una bomba de aceite de un automóvil. Posteriormente, en 1945, se empezaron a introducir piezas de hierro para motores eléctricos. [3]

Hasta finales de los 60 se fabricaron por pulvimetalurgia piezas sencillas basadas en sistemas Fe-C y Fe-Cu-C. El conocimiento de estos sistemas se desarrolló a partir de diversos trabajos, los cuales analizaban la posible formación de fase líquida durante la sinterización con el objetivo de conseguir una buena densificación y promover la activación de la misma. Además, para analizar y comprender las etapas de la sinterización, se usaron cables de hierro con los que se puede reproducir el modelo de sinterización basado en esferas. [3]

A partir de los años 70, se empezaron a procesar polvos de materiales menos comunes entre los que se incluían metales refractarios y sus aleaciones, como por ejemplo, Nb, W, Mo, Zr, y Ti. Este hecho, junto con una tecnología de menor coste, produjo un interés creciente en la pulvimetalurgia que ha llegado hasta nuestros días, donde destacan las investigaciones que se están realizando en sistemas Fe-Cr y Fe-Mn y, que están dando lugar a la aparición de nuevas y modernas aplicaciones.

## 1.3. DEFINICIÓN y ETAPAS DEL PROCESO

### 1.3.1. Definición [4]

La pulvimetalurgia es una tecnología de fabricación de materiales basada en la consolidación de polvos metálicos, cerámicos o poliméricos, en componentes de forma y propiedades prefijadas mediante un proceso denominado sinterización, consistente en la aplicación de presión y calor a temperaturas inferiores a las del punto de fusión del constituyente mayoritario.

## 1.3.2. Etapas del proceso [5]

La metalurgia de polvos abarca desde la fabricación del polvo hasta la obtención de la pieza y, en términos generales, se puede considerar que este proceso consta de cuatro etapas:

1. **Obtención del polvo.**
2. **Mezclado** de los componentes.
3. **Compactación**, de la materia prima para adoptar la forma de la pieza con la resistencia mínima que permita manipularla.
4. **Sinterización** de la pieza compactada.

### 1.3.2.1. Obtención del polvo

Los polvos que se emplean en la pulvimetalurgia pueden ser polvos metálicos, no metálicos, aleaciones y/o materiales cerámicos (óxidos, nitruros, carburos, etc.). Los materiales más comúnmente empleados en esta tecnología son el hierro, cobre, aluminio, estaño, níquel, titanio, cromo, aceros inoxidables, grafito, silicio, óxidos, carburos metálicos y metales refractarios como el tungsteno y el molibdeno.

Se ha de tener en cuenta que la manufactura del polvo es muy importante en el proceso por lo que se ha de trabajar bajo ciertas especificaciones, las cuales determinan las características últimas y las propiedades físicas y mecánicas de las partes compactadas. Estas especificaciones incluyen requerimientos y características de los polvos a emplear, entre las que se incluyen:

- ✓ Composición química y, por tanto, pureza del polvo.
- ✓ Tamaño y forma de las partículas que componen el polvo.
- ✓ Características de flujo.
- ✓ Porosidad.
- ✓ Densidad aparente.
- ✓ Compactación.

Además, las características de un material en polvo están influenciadas por la forma en la que se obtiene el mismo. Existen varios métodos para la obtención de polvos y, principalmente, se clasifican en métodos físicos, químicos y mecánicos.

El resultado que se obtiene en los diversos procesos son polvos de un tamaño de partícula que puede variar de 1  $\mu\text{m}$  a 1000  $\mu\text{m}$ .

### ➤ *Métodos físicos [6]*

De entre todos los métodos físicos existentes, la atomización es el más empleado a nivel industrial para la producción de polvos de metales puros y prealeados. Se basa en que el metal fundido se somete al efecto de un haz de gas a presión, líquido a presión, ultrasonidos, fuerza centrífuga o cualquier otro efecto mecánico. De este modo, la masa de metal fundida se desintegra en numerosas gotitas que solidifican rápidamente en esa atmósfera de atomización o bajo el efecto de un enfriamiento adicional. Seguidamente las partículas son recocidas en una atmósfera reductora para reblandecerlas y eliminar cualquier óxido residual.

Las propiedades finales del polvo como, por ejemplo, el grado de dispersión y la forma y estructura de las partículas del mismo, pueden modificarse variando la energía del haz que actúa sobre la masa fundida, la temperatura, viscosidad y tensión superficial de la propia masa, y las condiciones de enfriamiento. En general, el polvo atomizado tiene una estructura irregular pero, si la presión es adecuada y el enfriamiento lento, pueden obtenerse partículas con forma esférica.

Además, la atomización está limitada a velocidades de impacto inferiores a la velocidad del sonido. Como consecuencia, esto determina la extracción de calor, el tamaño de partícula y la eficiencia energética de todas y cada una de las técnicas de atomización. Cuanto mayor es la velocidad de impacto, menor es el tamaño de las partículas

### ➤ *Métodos químicos [6]*

La reducción de óxidos mediante agentes reductores sólidos y/o gaseosos es, actualmente, el principal proceso químico de producción de polvos metálicos. En él, los óxidos metálicos se calientan en atmósfera reductora obteniendo escorias. Sin embargo, los contaminantes presentes en el metal no pueden ser eliminados a través de dicha escoria por lo que, antes de iniciar el proceso de reducción, los óxidos de partida deben ser preparados y purificados para asegurar la máxima pureza del polvo obtenido.

En el proceso de reducción se utilizan agentes reductores como el carbono y el hidrógeno en forma elemental, o también compuestos gaseosos o mezclas (coque, metano, CO y otros). Tras una primera reducción, el polvo de hierro se puede someter a numerosas etapas de reducción incluyendo un molido entre cada una de ellas. Finalmente, el polvo obtenido se somete a un proceso de recocido para conseguir una descarburización y reducir la concentración de oxígeno. Así, con este proceso se pueden obtener partículas de polvo metálico esponjosas y porosas, con formas esféricas o angulares y de tamaño uniforme.

Otro de los procesos químicos que se emplea para fabricar polvos metálicos es la electrólisis. En general, la deposición electrolítica se emplea para la producción de polvos de cobre, berilio, plata, hierro, zinc y titanio. Para ello, en un tanque electrolítico, se somete al metal que se quiere disolver (ánodo) a una corriente eléctrica durante un cierto tiempo para conseguir la deposición del polvo metálico sobre una placa (cátodo), obteniendo una capa de depósito dendrítico y esponjoso. Posteriormente, ésta se decapa para que caiga al fondo del tanque. El precipitado se retira periódicamente del fondo de dicho tanque centrifugando para extraer el exceso de electrolito, y luego se lava en agua, se seca en horno, se tamiza el polvo, y se muele el material de tamaño excesivo. [2]

### ➤ *Métodos mecánicos [2]*

De entre todos los métodos mecánicos para la obtención de polvos destacan la molienda o trituración, y la aleación mecánica.

Con respecto al primero, es una técnica de fabricación específica para materiales frágiles como los cerámicos, aplicándose también para los materiales del tipo óxidos, carburos y nitruros.

La molienda se lleva a cabo en un molino de bolas en el cual se trituran mecánicamente los granos de material por el impacto sucesivo de éstos con bolas de acero o fundición blanca contenidas en el interior de dicho molino. La reducción conseguida sobre el tamaño del polvo es función directa de la velocidad y tiempo del tratamiento mecánico. De esta forma, el tamaño de los granos puede reducirse hasta el orden de las 10  $\mu\text{m}$ .

Por otra parte, la aleación mecánica es un proceso destinado a obtener granos de aleación a partir de los componentes más elementales y, para ello, se emplean molinos de

bolas de alta energía. La variación de este proceso frente al anterior es que durante la molienda, al tiempo que se fracturan las partículas, se forman soldaduras locales entre los polvos que son aleantes, que posteriormente se fragmentan y vuelven a realizar el ciclo. El resultado último es una mezcla íntima entre los componentes, pareciéndose en toda su constitución a una aleación obtenida por fusión. Así, las propiedades de una aleación obtenida mediante este proceso pueden ser muy superiores a las obtenidas por la pulvimetalurgia convencional.

### *1.3.2.2. Mezclado de los componentes [7]*

La siguiente etapa del proceso pulvimetalúrgico es el mezclado de los polvos de partida hasta obtener una mezcla homogénea, ya que los diferentes polvos tienen distinta naturaleza, tamaño y forma, y únicamente mezclándolos se consigue, además de la homogeneización de la misma:

- ✓ Cambios en el tamaño de partícula.
- ✓ Cambios en la forma de la partícula.
- ✓ Aglomeración de partículas.
- ✓ Modificación de propiedades.

En esta etapa también se suelen añadir lubricantes para mejorar la fluidez del polvo y, sobre todo, para reducir la fricción entre el compacto y las paredes de la matriz y entre las partículas entre sí, facilitando la extracción de la pieza compactada de dicha matriz. El principal inconveniente de emplear lubricantes es que se reduce el contacto entre las partículas del polvo por lo que, en la etapa de sinterizado, los procesos de difusión se dificultan. Los lubricantes más empleados son el ácido esteárico y el estearato de zinc.

### *1.3.2.3. Compactación [7]*

En la etapa de compactación se realiza el prensado de los polvos bajo una determinada presión obteniendo la pieza en verde, con dimensiones muy aproximadas a la pieza final y con la suficiente resistencia para permitir su extracción de la matriz y posterior manipulación hasta la etapa de sinterizado. La cohesión del polvo es debida a varios fenómenos como son:

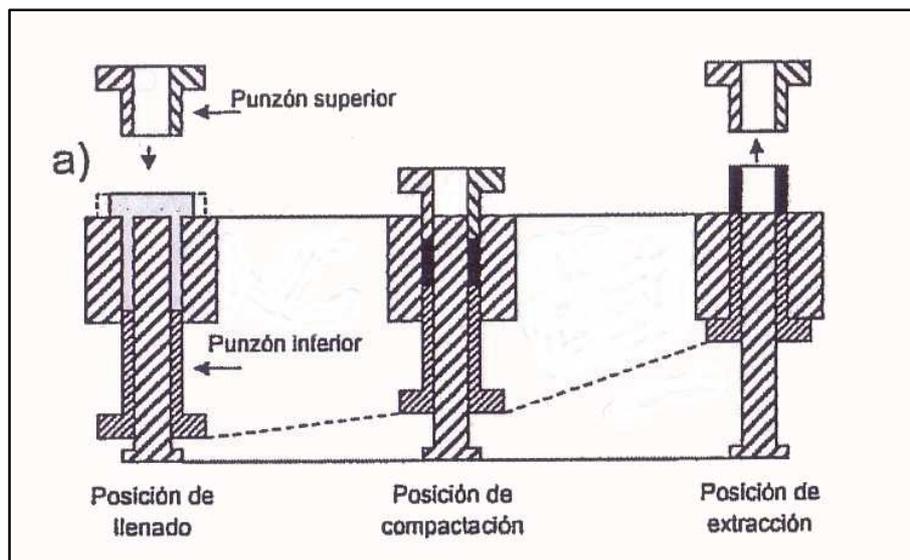
# Pulvimetalurgia

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

El prensado del polvo se realiza en el interior de una matriz que será el negativo correspondiente a la geometría de la pieza requerida. La densidad de la pieza en verde y sus propiedades mecánicas vienen determinadas en gran medida por la presión de compactación. Por regla general, a mayor presión de compactación, mayor densidad en verde alcanzará la pieza aunque siempre existen presiones límite determinadas tanto por el polvo como por la propia geometría de la pieza.

Por otra parte, en la compactación se distinguen tres fases: el llenado de la matriz o molde, la compresión y la expulsión de la pieza en verde. Se ha de destacar que en la fase de compresión, la presión se puede transmitir a la masa de polvos de tres maneras distintas, siendo éstas [2]:

- ✓ Compactación con simple efecto.
- ✓ Compactación con doble efecto.
- ✓ Compactación con matriz flotante.



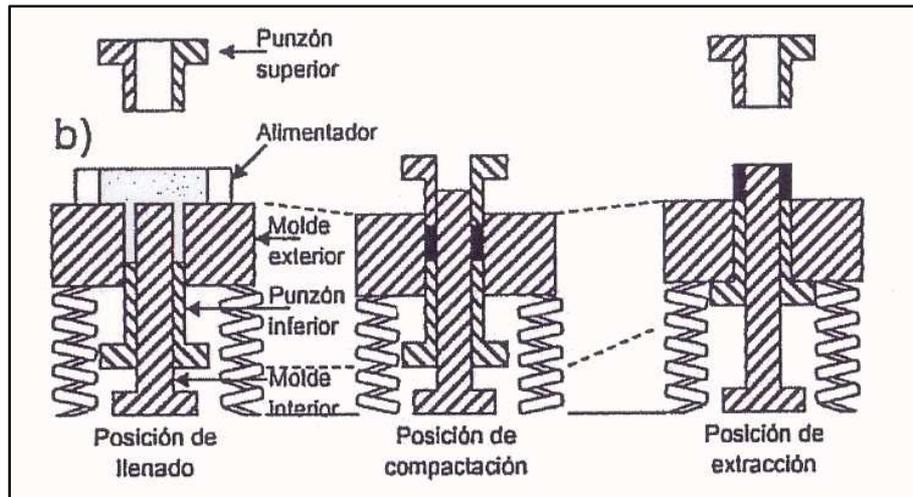


Figura 1. Etapas y tipos de compactación: a) con doble efecto, b) con matriz flotante. [2]

### 1.3.2.4. Sinterización [7]

La sinterización es la etapa del proceso pulvimetalúrgico en la que se consiguen las características resistentes especificadas para el aglomerado de polvos mediante el control de las características iniciales de la pieza en verde, temperaturas y tiempos del tratamiento isotérmico y características de las atmósferas controladas del horno. [2]

Esta etapa consiste en el tratamiento isotérmico de la pieza en verde durante el tiempo de operación,  $t_s$ , y a una temperatura,  $T_s$ , habitualmente inferior (65-85 %) a la de fusión del principal constituyente para permitir los fenómenos de soldadura y difusión entre partículas. En general, en el proceso de sinterización se pueden distinguir tres etapas:

1. **Crecimiento de los puentes de enlace.** Aumenta el área de contacto entre las partículas del polvo y las dimensiones de la pieza varían ligeramente, al igual que su resistencia, que aumenta.
2. **Densificación y crecimiento de grano.** Aumenta la densidad y se siguen produciendo cambios dimensionales en la pieza.
3. **Aparición de poros aislados.** Se produce la coalescencia de partículas. Los poros pequeños desaparecen y aquellos más grandes crecen adoptando formas redondeadas. En esta etapa, los cambios dimensionales y de densidad son muy pequeños.

## Pulvimetalurgia

En la sinterización, a temperaturas alrededor del 30% de la de fusión comienzan a aparecer los mecanismos de difusión superficial. Así, se produce el movimiento de los átomos desde las zonas convexas a las zonas cóncavas de las partículas de polvo conectadas, aumentando los puentes de enlace entre partículas sin aumentar el acercamiento entre sus centros y sin producir cambios dimensionales.

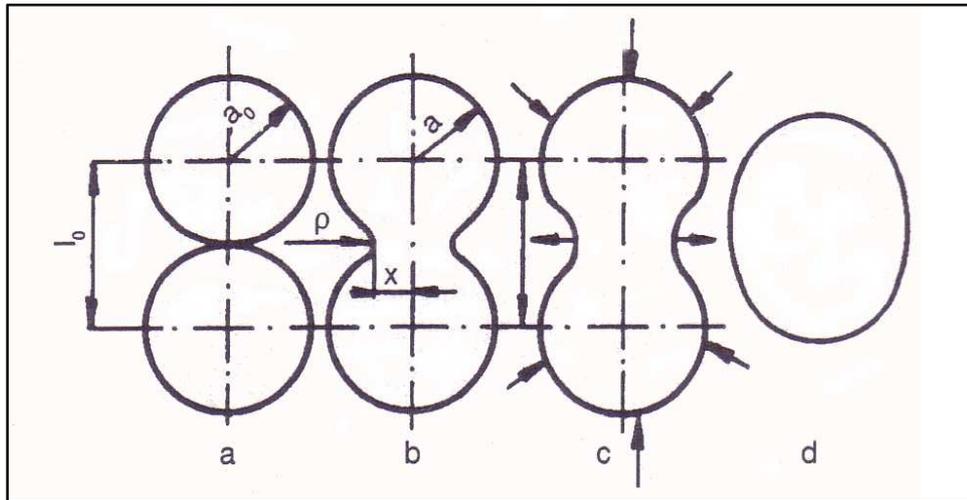


Figura 2. Evolución de dos partículas esféricas en el proceso de sinterización. [6]

Por último, al llegar a temperaturas alrededor del 50% de la de fusión, actúan los mecanismos de difusión de la red a partir de las imperfecciones, como vacantes y dislocaciones. Se sigue aumentando el puente de enlace entre partículas y se redondean los poros.

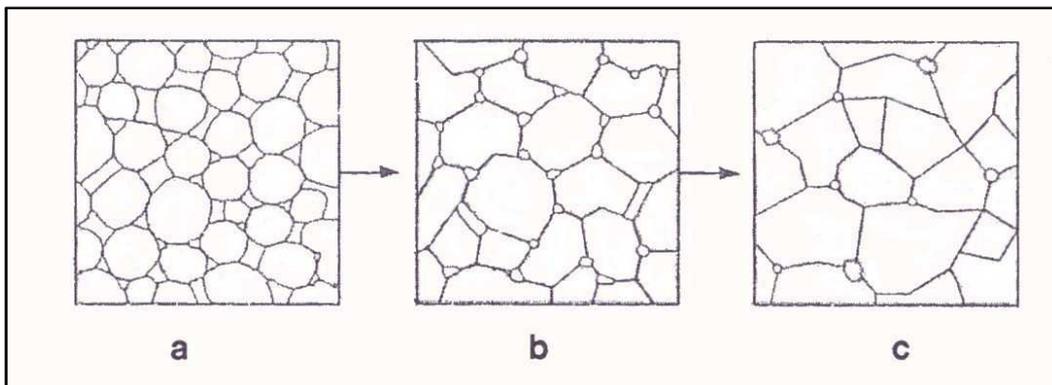


Figura 3. Cambios en la estructura durante la sinterización. a) estado inicial, poros de diferentes tamaños y cuellos en formación; no hay crecimiento de grano. b) estado de contracción, poros 'cilíndricos' y abiertos; crecimiento de grano. c) estado final, poros más esferoidales y cerrados; crecimiento de grano. [6]

## Pulvimetalurgia

---

El proceso de sinterización tiene lugar bajo atmósferas protectoras con el fin de evitar la oxidación del metal, ya sean atmósferas reductoras, inertes, carburantes, nitrantes u oxidantes o bien en vacío, en función del material a sinterizar. El control de la atmósfera se produce en el interior del horno capaz de controlar a su vez la temperatura, el tiempo y las velocidades de calentamiento y enfriamiento.

Los hornos empleados en el proceso constan de tres cámaras: la primera, en la que se efectúa un precalentamiento de la pieza con el fin de quemar los lubricantes y el aglutinante que se mezclaron con el polvo metálico, la segunda, en la que se efectúa el proceso de sinterizado bajo atmósfera protectora, y la tercera, en la que se produce el enfriamiento de la pieza, todavía bajo una atmósfera controlada, hasta que se llega a una temperatura por debajo de la cual no existe peligro de oxidación de la misma.

Cabe mencionar que cuando el polvo metálico está formado por distintos tipos de metales o aleaciones, hay ocasiones en donde el proceso de sinterización se efectúa a una temperatura superior a la de fusión de uno de los constituyentes secundarios, como en partes estructurales de hierro/cobre, etc. Al efectuarse el proceso a una temperatura superior a la temperatura de fusión de un constituyente, se está realizando un sinterizado con presencia de fase líquida. Por tanto, es esencial controlar la cantidad de fase líquida que se presenta durante el proceso para poder asegurar paridad en la forma de la pieza.

Por último, destacar que en ciertas ocasiones la sinterización supone el proceso final de fabricación pero, generalmente, suelen existir procesos adicionales como los procesos de acabado y de tratamiento térmico. [6]

# **CAPÍTULO 2: ACEROS PM DE BAJA ALEACIÓN**

## 2. ACEROS PULVIMETALÚRGICOS DE BAJA ALEACIÓN

Al igual que en otros sectores industriales de nuestra sociedad, el sector de la pulvimetalurgia ha evolucionado a lo largo de la historia hacia mejores materiales y procesos de fabricación debido, en gran parte, a la necesidad de los fabricantes de piezas y los productores de polvos de producir piezas mejoradas y de mayor rendimiento. [9]

### 2.1. EVOLUCIÓN HISTÓRICA [3]

Un incremento del rendimiento de las piezas fabricadas por PM se puede conseguir aumentando la densidad, incrementando los tiempos y temperaturas de sinterización, y reforzando la estructura del material, mediante el uso de elementos de aleación y/o tratamientos térmicos secundarios. [10]

Centrándonos en el uso de los elementos de aleación en el sector pulvimetalúrgico, fue a mediados de los años 70 cuando éstos se empezaron a introducir en los sistemas base Fe y Fe-C con el objetivo de intentar mejorar las propiedades mecánicas de los materiales. Así, el primer elemento aleante empleado fue el **Cobre (Cu)**. Éste puede ser sinterizado sin ningún problema, pudiendo producir una fase líquida durante la sinterización a las temperaturas usuales del proceso (entre 1120-1150 °C) y esto, permite una buena distribución del elemento de aleación entre las partículas de hierro y una buena difusión en las primeras etapas del proceso.

Sin embargo, fueron detectados algunos problemas asociados con el empleo del cobre. El primero de ellos fue el crecimiento que el cobre producía tras la sinterización, lo que propició el estudio de este fenómeno por dilatometría y, a su vez, esto permitió un mejor control dimensional de dicho efecto. El segundo problema relacionado con la presencia del cobre y de la fase líquida producida durante la sinterización fue la porosidad secundaria. Cuando una partícula de cobre funde durante la sinterización, se expande y difunde dejando un poro con un tamaño proporcional al tamaño original de dicha partícula de cobre.

Tras el cobre, el segundo elemento de aleación más empleado en aceros PM fue el **Níquel (Ni)**. Éste, al igual que el cobre, y comparado con el hierro, tiene una baja afinidad por el oxígeno pero una pobre difusividad en el hierro y la necesidad de emplear altas

## Aceros PM de Baja Aleación

---

temperaturas de sinterización ó largos tiempos de proceso para conseguir una buena difusión en el propio hierro. La presencia del níquel mejoró el comportamiento mecánico en estos aceros y, como consecuencia, comenzó a ser ampliamente utilizado. Además, la contracción producida por el uso de este aleante en el proceso de sinterización, reduce parcialmente el efecto de crecimiento del cobre, en caso de que se empleen ambos elementos en el mismo sistema.

Simultáneamente, y buscando una mejora con respecto al comportamiento dimensional tras la sinterización, la industria comenzó a emplear el **Fósforo (P)** como elemento aleante. Este elemento se emplea en PM debido a su importante efecto en el propio proceso de sinterización ya que, gracias a su carácter estabilizador “ $\alpha$ ” y la sinterización de la fase líquida, el fósforo activa dicha sinterización lo que favorece la formación de una porosidad muy redondeada que mejora bastante la ductilidad de los aceros pulvimetalúrgicos.

A mediados de los 70 y hasta el final de los años 80, la industria comenzaba a requerir mayor fiabilidad y rendimiento en dichos aceros. Gracias a ello, las mejoras introducidas para satisfacer la demanda industrial permitieron el empleo de sistemas más complejos e introducir el **Molibdeno (Mo)** como elemento de aleación (ampliamente usado en metalurgia convencional del hierro y con el requisito de baja afinidad por el oxígeno). La aparición de sistemas de aleación más complejos dio lugar a una década de continua evolución en la producción basada, primeramente, en el proceso de mezcla, luego en el uso de los métodos de difusión y, por último, en el desarrollo de nuevas calidades de polvos obtenidas por aleaciones de difusión, conocidas como “distalloys” y comercializadas por Höganäs AB (Suecia), Hoeganaes Corporation (USA) y otros productores de polvo.

En los años 90, la necesidad de competir en la obtención de piezas de alto rendimiento promovió el desarrollo de dos nuevas líneas de mejora: por una parte, calidades con un alto nivel de elementos aleantes (pero todavía con sistemas Fe-Cu-Ni-Mo-C), y por otra parte, la búsqueda de nuevas formas de obtener una alta densidad, trabajando para ello en la mejora de las etapas de compactación y sinterización.

En el ámbito de la primera línea de mejora, se desarrollaron nuevos aceros con mayor contenido en Mo (desde un 0,5 % en peso hasta 0,85, 1 ó incluso 3 % en peso). Con respecto a la obtención de mayores densidades, el uso de nuevas generaciones de

lubricantes (entre ellos el Kenoube) y mayores presiones de compactación (entre 600 y 1000 MPa) permitió conseguir un amplio rango de éstas. Sin embargo, lo que verdaderamente supuso un gran avance tecnológico fue la aparición del sistema de compactación en caliente que mejoró, en gran medida, el proceso de compactación. En la misma línea de mejora, también se ha de destacar el empleo de altas temperaturas de sinterización en la industria. De esta manera, no sólo se mejora la autodifusión del hierro, si no que todos los elementos aleantes incrementan su difusión. Además, con altas temperaturas de sinterización se consiguen mejorar las propiedades mecánicas entre un 20-30 % obteniendo una respuesta a fatiga y un comportamiento frente a la corrosión mucho mejor.

Por otra parte, desde que se comenzaron a utilizar los aceros PM se han ido introduciendo nuevos elementos aleantes como el **Cromo (Cr)**, y en menor medida, el manganeso (Mn) ó silicio (Si), pero no ha sido hasta mediados de los años 90 cuando el uso de éste (referido al cromo) se ha extendido. La implantación del cromo o manganeso en la producción a gran escala se ha ido posponiendo debido a su gran afinidad por el oxígeno y a las dificultades que presenta reducir su actividad durante la sinterización. Además, la gran estabilidad de los óxidos producidos por estos dos elementos, hace que sea muy importante saber qué agentes reductores intervienen en cada etapa de la sinterización, ya que éstos cambian con la temperatura.

En la actualidad, se realizan numerosos esfuerzos de investigación en estos elementos aleantes y sus características. Todo ello, para mejorar la templabilidad y el control dimensional de los aceros PM y, en especial, para desarrollar sistemas aleados de bajo coste con alto beneficio en operaciones de endurecimiento por sinterización ó “Sinter-Hardening”. En este proceso, se pueden obtener valores altos de dureza y resistencia gracias a una adecuada velocidad de enfriamiento tras la sinterización.

Así, tras décadas de investigación e innovación actuando sobre el propio proceso (mezcla, compactado, sinterización,...) y sobre el sistema de aleación (desde el hierro simple hasta los sistemas más complejos empleados actualmente), se han podido obtener en el ámbito de la pulvimetalurgia materiales muy competitivos, tanto en términos de rendimiento como de coste.

## 2.2. EL FÓSFORO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN [6]

En pulvimetalurgia, el fósforo (P) es considerado un elemento de aleación muy interesante y frecuentemente empleado. El fósforo pertenece al grupo de elementos aleantes que presentan un mayor endurecimiento en hierro, y el efecto beneficioso de éste en las propiedades de los aceros sinterizados se explica por el endurecimiento por sustitución de la ferrita, formación de fase líquida y estabilización de la propia ferrita durante la sinterización.

Según el diagrama de fase binario Fe-P mostrado en la siguiente figura, el fósforo junto con el hierro dan lugar a la reacción eutéctica “L → Fe<sub>3</sub>P + Fe” a aproximadamente 1050 °C. Suponiendo que el material es una mezcla de partículas de Fe y Fe<sub>3</sub>P con un contenido total de P del 0,6 %, la difusión en estado sólido del P en la ferrita comienza al incrementarse la temperatura de sinterización (la velocidad de difusión del fósforo es mayor en la ferrita que en la austenita), y cuando el material alcanza los 1050 °C se forma una fase líquida por la reacción peritética “Fe<sub>3</sub>P + α-hierro → L”. [11]

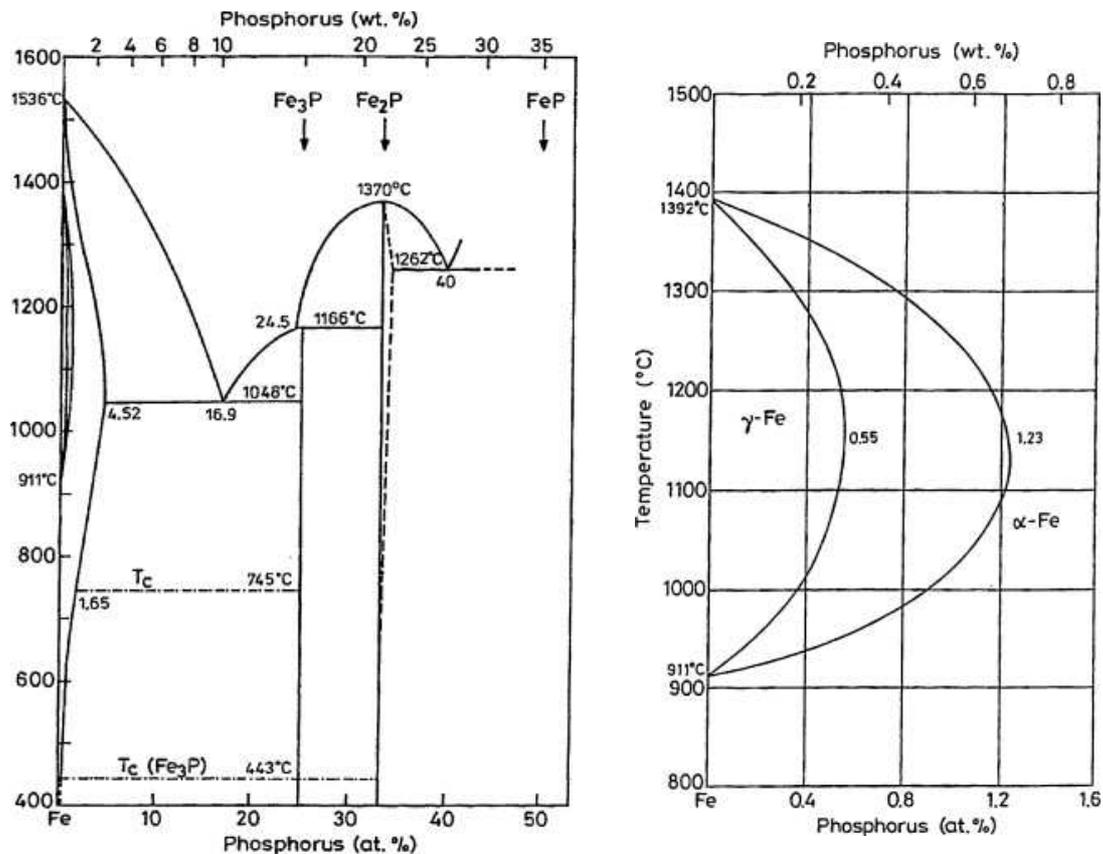


Figura 4. Diagrama de fase binario Fe-P (izquierda) y detalle de la región del bucle gamma a alta temperatura correspondiente a dicho diagrama (derecha). [13]

## Aceros PM de Baja Aleación

---

La masa fundida se extiende y redistribuye entre las partículas provocando una alta velocidad de transferencia de masa y esto favorece la difusión del fósforo en las partículas de hierro. Si se considera una temperatura constante de sinterización de 1120 °C, dicho fundido se agotará rápidamente de fósforo y desaparecerá dejando únicamente ferrita rica en P y austenita con bajo contenido de éste. Conforme progresa la difusión, las regiones austeníticas disminuirán su tamaño hasta llegar a desaparecer. [11]

Por tanto, se puede afirmar que las aleaciones Fe-P sinterizadas a la temperatura de 1120 °C presentan una estructura de dos fases, ferrita y austenita, la cual a partir del 0,65 % de P se convierte en una estructura puramente ferrítica. Teniendo en cuenta que el grado de autodifusión del hierro en la ferrita es aproximadamente dos órdenes de magnitud mayor que en la austenita, la velocidad de sinterización es muy alta y, esto conduce hacia la formación de poros redondeados y a una contracción sustancial de las piezas sinterizadas. Además, una característica de estos sistemas es que el incremento de resistencia no va acompañado de una reducción de la ductilidad, y ésta es una de las razones por las que se emplea el fósforo en pulvimetalurgia.

Durante la sinterización, el fósforo alea preferentemente los “cuellos” que se forman entre las partículas, que posteriormente, actúan como portadores de propiedades de alta resistencia, mientras que el núcleo de las partículas de hierro permanece sin alea. Debido a esto, el mecanismo de fallo se transfiere a través de los “cuellos” de alta resistencia a la parte interna y dura de las partículas, obteniendo así una elevada ductilidad. En aplicaciones estructurales, el fósforo se añade al hierro en cantidades de hasta el 0,6 % cuando la mejora en términos de resistencia no va acompañada de la disminución en ductilidad. Un incremento en la cantidad de fósforo añadido hasta un 0,8% provoca una reducción repentina de la tenacidad como resultado de la segregación del fósforo y la precipitación de  $\text{Fe}_3\text{P}$  en los bordes de grano.

En la mayoría de los casos, el fósforo se añade al polvo de hierro en forma de ferrofósforo (% de P entre un 15-25 %) ó en forma de polvos prealeados. La única combinación de resistencia y ductilidad en materiales Fe-P se atribuye al hecho de que las adiciones de ferrofósforo dan lugar a la formación de una fase líquida eutéctica en las etapas iniciales de la sinterización, a partir de 1050 °C, y estabilizan la ferrita y hacen que ésta prevalezca incluso a temperaturas de sinterización de 1120 °C.

## Aceros PM de Baja Aleación

Incrementando el contenido de fósforo, la resistencia a tracción aumenta de forma casi lineal (Figura 5). El grado de contracción aumenta, en gran medida, bajo las mismas condiciones, dando lugar a una alta densidad y buenas propiedades mecánicas. Desde el punto de vista de éstas, la cantidad óptima de P a añadir no debería exceder el 0,6 % y para piezas sometidas a impacto, el 0,3 %. Bajo estas condiciones, la resistencia a tracción de los aceros Fe-P puede variar hasta 400 MPa con un alargamiento del 18 %, dependiendo de la calidad del polvo de hierro. Según estudios realizados, la mejor reproducibilidad de estas propiedades se consigue con adiciones del 0,45 % de P.

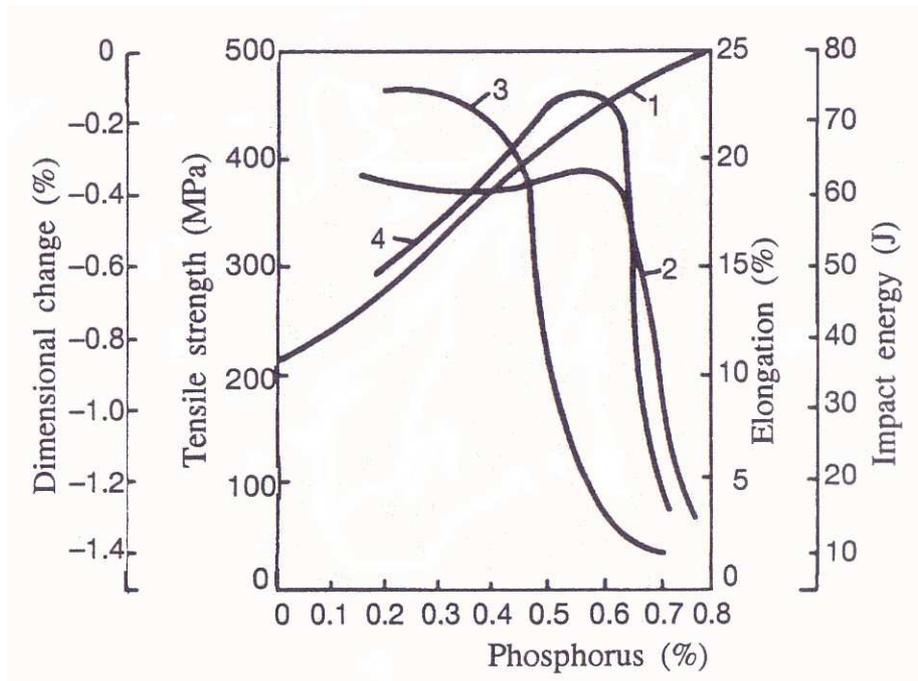


Figura 5. Relación entre el contenido de P y la resistencia a tracción (1), el alargamiento (2), los cambios dimensionales (3), y la energía de impacto, determinada en probetas no entalladas (4). Polvo de hierro ASC 100.29 atomizado en agua, 589 MPa, 1120 °C, 30 min, velocidad de enfriamiento aprox.  $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . [6]

La adición de carbono, estabilizante de la austenita, reduce la cantidad de ferrita enriquecida en fósforo. Un incremento de la temperatura de sinterización a 1200 °C y, en particular, a 1300 °C, aumenta la resistencia del material. Por ejemplo, un material cuya composición es Fe-0,4P-0,6C con una densidad de 6,8 g/cm<sup>3</sup> y sinterizado a 1200 °C tiene una resistencia a tracción de 520 MPa y un alargamiento del 5,5 %. Por estas razones, el fósforo, que es uno de los aleantes más baratos, está presente en la mayoría de aceros de alta resistencia como, por ejemplo, aceros Fe-C-P, Fe-Cu-Ni-P y Fe-X-C-P.

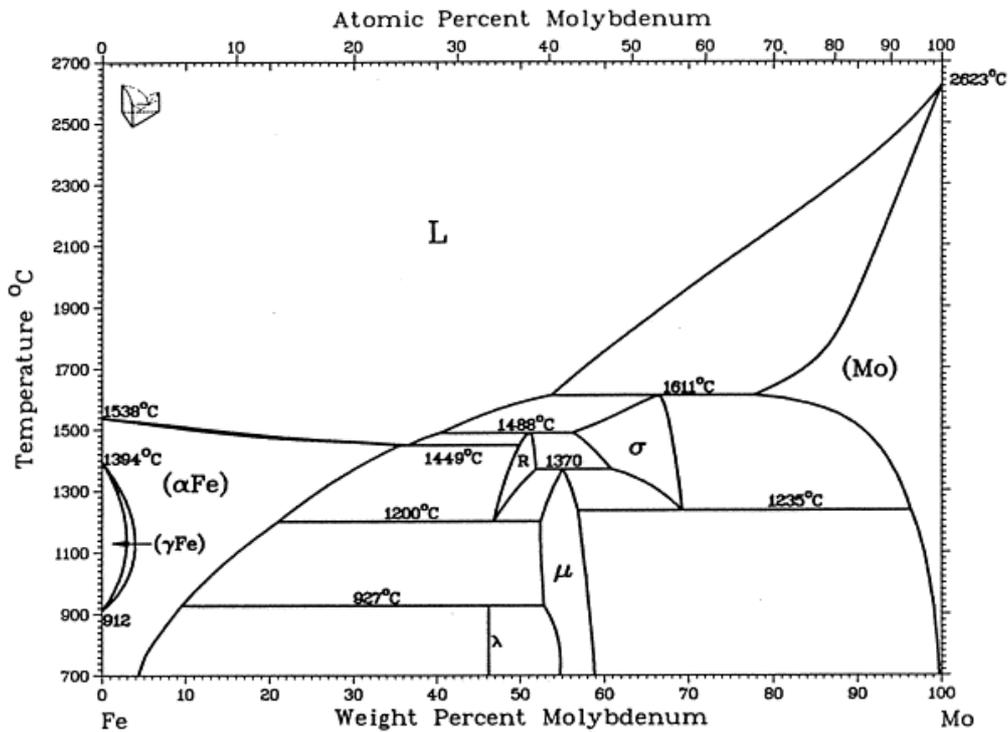
En ciertas ocasiones, los materiales Fe-P pueden convertirse inesperadamente en materiales frágiles, especialmente bajo condiciones de laboratorio. Mientras que la fractura frágil nunca se ha observado en materiales con 0,3 % de P, comienza a producirse con contenidos del 0,45 % de P y este hecho es mucho más frecuente con contenidos del 0,6 %. Con porcentajes superiores a este último valor, la fractura frágil de estos materiales es la regla. Esto es consecuencia de las capas delgadas de óxidos que se forman en los bordes de grano como residuos de las adiciones de ferrofósforos con un alto nivel de impurezas. Así, los aceros sinterizados dúctiles aleados con P se logran con adiciones de  $\text{Fe}_3\text{P}$  de un tamaño de partícula específico y pequeño, con un bajo contenido en impurezas y un contenido en carbono de entre el 0,5 y el 1 %.

### 2.3. EL MOLIBDENO COMO ELEMENTO DE ALEACIÓN [6]

Elementos como el Molibdeno (Mo) son muy utilizados para la fabricación de piezas pulvimetalúrgicas sometidas a cargas mecánicas. Un ejemplo lo constituyen los aceros aleados con molibdeno ya que combinan la resistencia y ductilidad con propiedades favorables a los tratamientos térmicos.

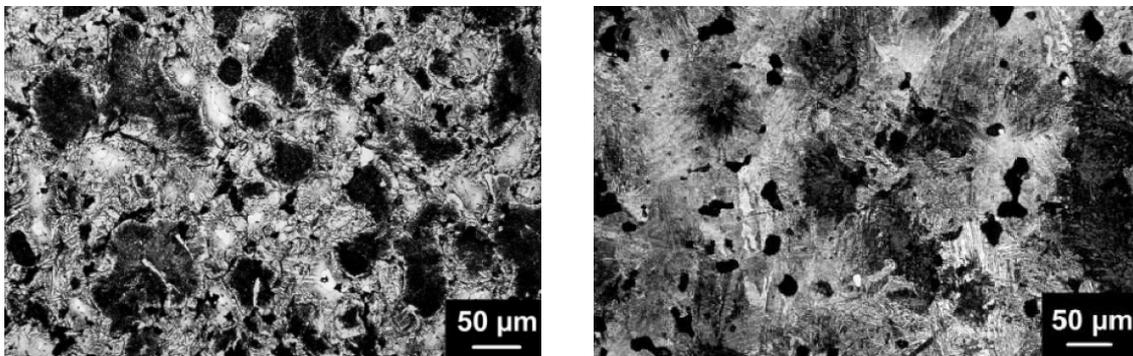
Estos aceros se pueden producir a partir de polvos prealeados de Fe-Mo, pero la producción también es posible realizarla a partir de mezclas de polvos elementales, ofreciendo una mejor flexibilidad en cuanto a composiciones. En último caso, la homogeneización del metal de aleación tendrá lugar durante la sinterización. Este proceso puede mejorarse mediante una fase líquida transitoria, la cual se forma a temperaturas por encima de 1240 °C, dependiendo del respectivo contenido en carbono.

El sistema Fe-Mo-C se puede emplear para demostrar la formación de una fase líquida mediante la reacción entre los distintos elementos de aleación, en este caso, entre el Mo y el C, durante la sinterización a la temperatura correspondiente. En este caso, las partículas de molibdeno, primeramente, se carburizan dando lugar a los carburos binarios  $\text{Mo}_2\text{C}$  que, con contenidos en carbono inferiores al 1 %, se transforman en carburos tipo  $\eta$ - $\text{M}_6\text{C}$  (aproximadamente  $\text{Fe}_3\text{Mo}_3\text{C}$ ). Destacar que, después de tiempos de sinterización relativamente largos, una proporción considerable de Mo permanece sin disolver, pero éste puede identificarse en forma de carburos. Entre los carburos “ $\eta$ ” y la austenita que rodea a las partículas se forma una fase líquida transitoria que penetra rápidamente en el entramado de poros del material.



*Figura 6. Diagrama de fase binario Fe-Mo. [14]*

De acuerdo con las secciones isotérmicas del sistema Fe-Mo-C, una fase líquida entre  $M_6C$  y austenita se forma a 1230 °C y, para un contenido de carbono del 0,7 % en peso, ésta se forma por encima aproximadamente de los 1240 °C. Por lo tanto, las superficies de las partículas de hierro se cubren con Mo conteniendo el fundido y desde las propias superficies, el Mo puede difundirse rápidamente en los granos de hierro y formar una estructura bainítica homogénea (ver Figura 7). [12]



*Figura 7. Acero de baja aleación Fe-1,5%Mo-0,7%C, compactado a 600 MPa y sinterizado durante 60 min. en  $H_2$  a las temperaturas de 1160 °C (izquierda) y 1280 °C (derecha). [12]*

## Aceros PM de Baja Aleación

Una consecuencia típica de la fase líquida transitoria es la formación de poros secundarios en el lugar que ocupaban las partículas de molibdeno. Estos poros redondeados y aproximadamente del doble de diámetro que las partículas de Mo pueden dar lugar al fallo del componente ó pieza, especialmente si éste está sometido a cargas de fatiga, y además, se debe tener cuidado para evitar la mezcla de partículas de Mo demasiado gruesas. [12]

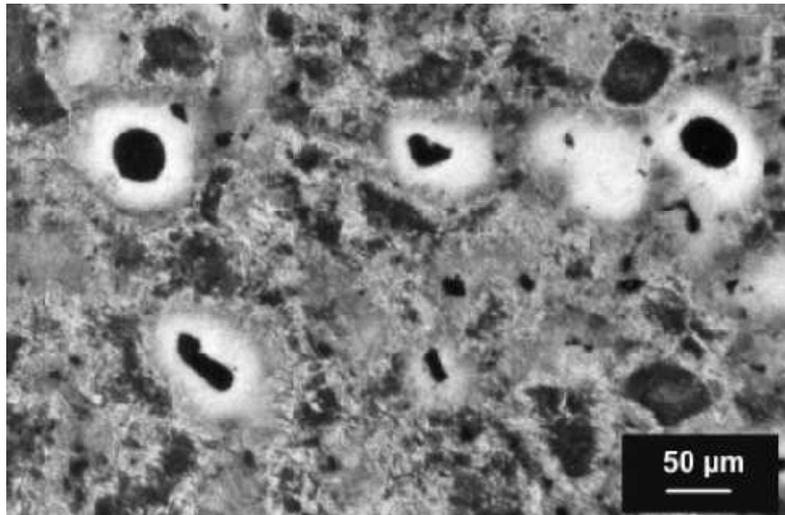
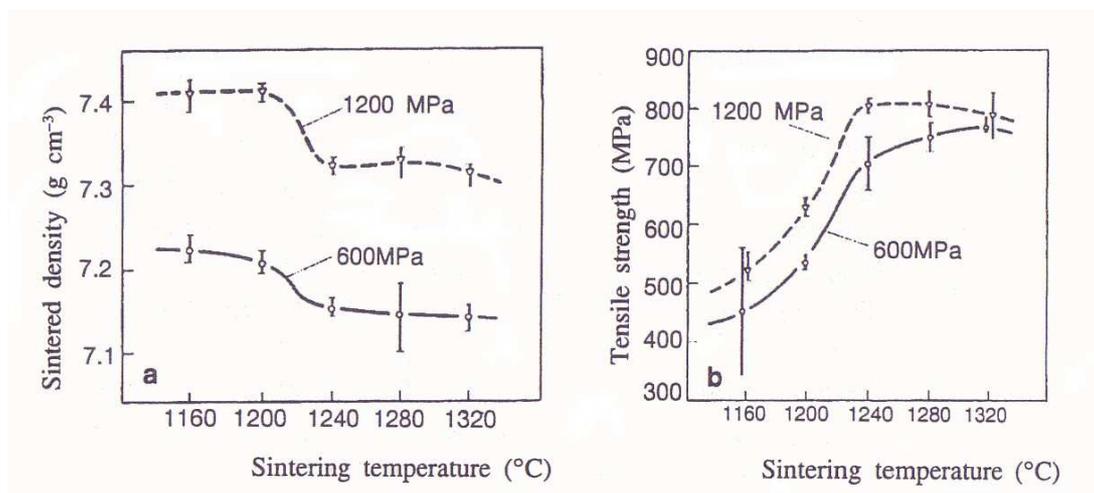


Figura 8. Presencia de poros secundarios en un acero de baja aleación Fe-1,5%Mo-0,7%C. [12]

El efecto que produce sobre la densidad la formación de la fase líquida se puede demostrar, por ejemplo, mediante los distintos cambios que se producen en ciertas propiedades de los aceros de baja aleación Fe-1,5%Mo-0,7%C. Las propiedades de los materiales sinterizados en función de la temperatura de sinterización se muestran en las siguientes figuras.



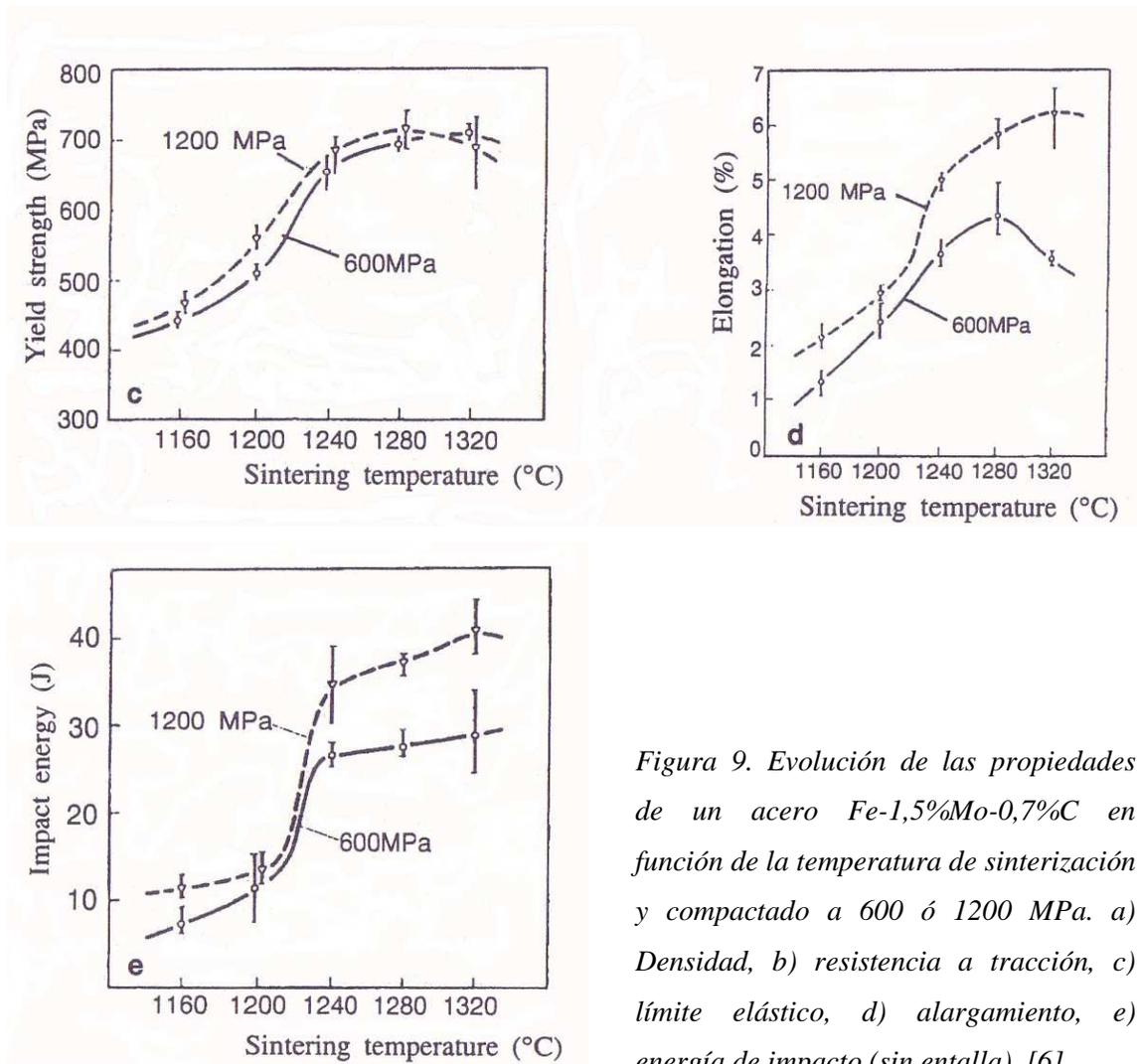


Figura 9. Evolución de las propiedades de un acero Fe-1,5%Mo-0,7%C en función de la temperatura de sinterización y compactado a 600 ó 1200 MPa. a) Densidad, b) resistencia a tracción, c) límite elástico, d) alargamiento, e) energía de impacto (sin entalla). [6]

Aparentemente, se observa un marcado decaimiento en la densidad y la correspondiente expansión entre 1200 °C y 1240 °C, lo que indica que la fase líquida ha penetrado en las partículas en contacto.

Las propiedades mecánicas, a excepción de la dureza que aumenta con el incremento de la temperatura de sinterización, sufren una mejora drástica como consecuencia de la sinterización en fase líquida. Esta mejora es más notable en el caso del alargamiento que en la resistencia a tracción y límite elástico, lo que hace hincapié en que la ductilidad de un acero es más susceptible a la homogeneidad microestructural que lo que lo es la resistencia.

## Aceros PM de Baja Aleación

---

La energía de impacto es aproximadamente tres veces mayor después de la sinterización a 1240 °C que si ésta es a 1200 °C, lo que destaca aún más el efecto de la homogeneidad estructural, aunque la transformación de los poros, siendo éstos menos numerosos aunque mayores, más redondeados y casi aislados, también puede contribuir a esta mejora.

El polvo prealeado Fe-(0,85 ó 1,5%)Mo (por ejemplo, Astaloy Mo de Höganäs) ó Fe-3,5%Mo asegura una estructura homogénea del material y es adecuado para la fabricación de piezas sometidas a tratamientos térmicos y termomecánicos. También se puede utilizar como aleación maestra para materiales con menor contenido en molibdeno. Por último, el endurecimiento es crucial a partir de temperaturas relativamente altas con el objetivo de que no se formen carburos del tipo  $M_6C$  en bordes de grano.

Mencionar que la homogeneización de la estructura y la mejora de las propiedades por sinterización en presencia de fase líquida, formada únicamente durante la sinterización a temperaturas aproximadas de 1250 °C en presencia de carbono, también tiene lugar en aceros aleados con Cr y W.

# **CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

## 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 3.1. INTRODUCCIÓN

El objetivo del presente proyecto es estudiar las propiedades y el comportamiento de un acero sinterizado Fe-P-Mo-C a partir de diversas composiciones químicas y, teniendo en cuenta distintas temperaturas de sinterización.

En esta fase experimental, se han empleado las técnicas metalográficas necesarias para, posteriormente, realizar un estudio microestructural de los diversos materiales y la caracterización mecánica de éstos tras el proceso de sinterización, realizando para ello ensayos de dureza y ensayos de tracción.

Mediante el análisis microestructural se ha estudiado la microestructura presente en cada uno de los materiales obtenidos para comparar cómo influye tanto la composición química como la temperatura de sinterización aplicada en la propia microestructura. Por otra parte, mediante los ensayos de dureza y ensayos de tracción se han obtenido datos relevantes sobre el comportamiento de este tipo de aceros tras la sinterización.

### 3.2. MATERIALES

Para la realización de este proyecto únicamente se han empleado tres materiales: dos tipos diferentes de polvos de hierro aleados, uno con fósforo y el otro con molibdeno, y polvo de grafito industrial, de los cuales, a continuación, se realiza una breve descripción de la naturaleza y propiedades de los mismos.

#### 3.2.1. Polvo PASC60

El PASC60 es un polvo de hierro aleado que contiene un 0,60% de fósforo, como el PNC60, pero está basado en la calidad ASC100.29, dando al polvo una compresibilidad muy alta. Consiste en el ASC100.29 al que se le añaden de una forma especial partículas finamente divididas de ferrofósforo ( $\text{Fe}_3\text{P}$ ). [15]

## Procedimiento Experimental

Las piezas sinterizadas producidas con calidades fósforo-aleadas, muestran una alta resistencia con una ductilidad excepcionalmente buena. Además, las adiciones de grafito y/o cobre aumentan aún más la resistencia, con una estabilidad dimensional igual o incluso mejor. El PASC60 también es adecuado para piezas que requieran buenas propiedades magnéticas dulces, y puede ser mezclado con ASC100.29 u otra calidad de hierro con el fin de rebajar la concentración de fósforo (cuando así se desee). [15]

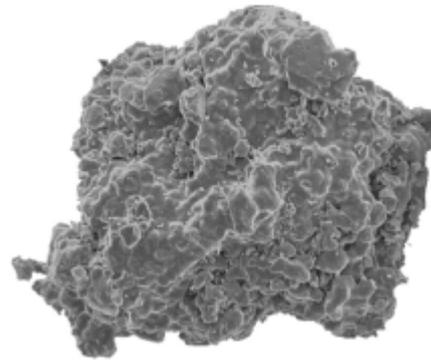


Figura 10. Morfología del PASC60. [15]

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

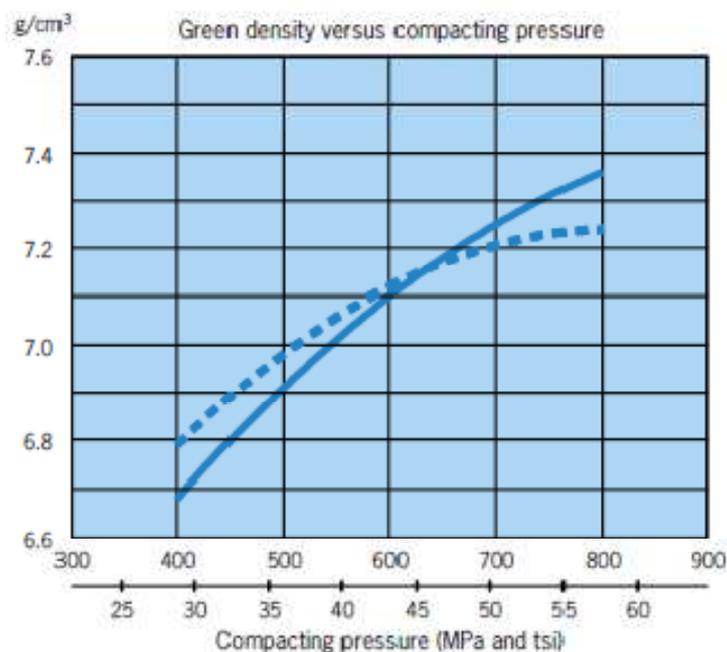


Figura 11. Densidad en verde frente a la presión de compactación para molde lubricado (línea continua) y para un lubricante 0,8% estearato de zinc ó 0,6% Kenolube P11 (línea de trazos). [15]

## Procedimiento Experimental

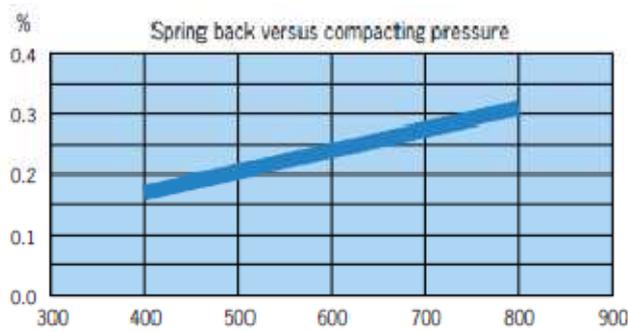


Figura 12. Variación de la recuperación elástica (springback) del polvo PASC60 frente a la presión de compactación. [15]

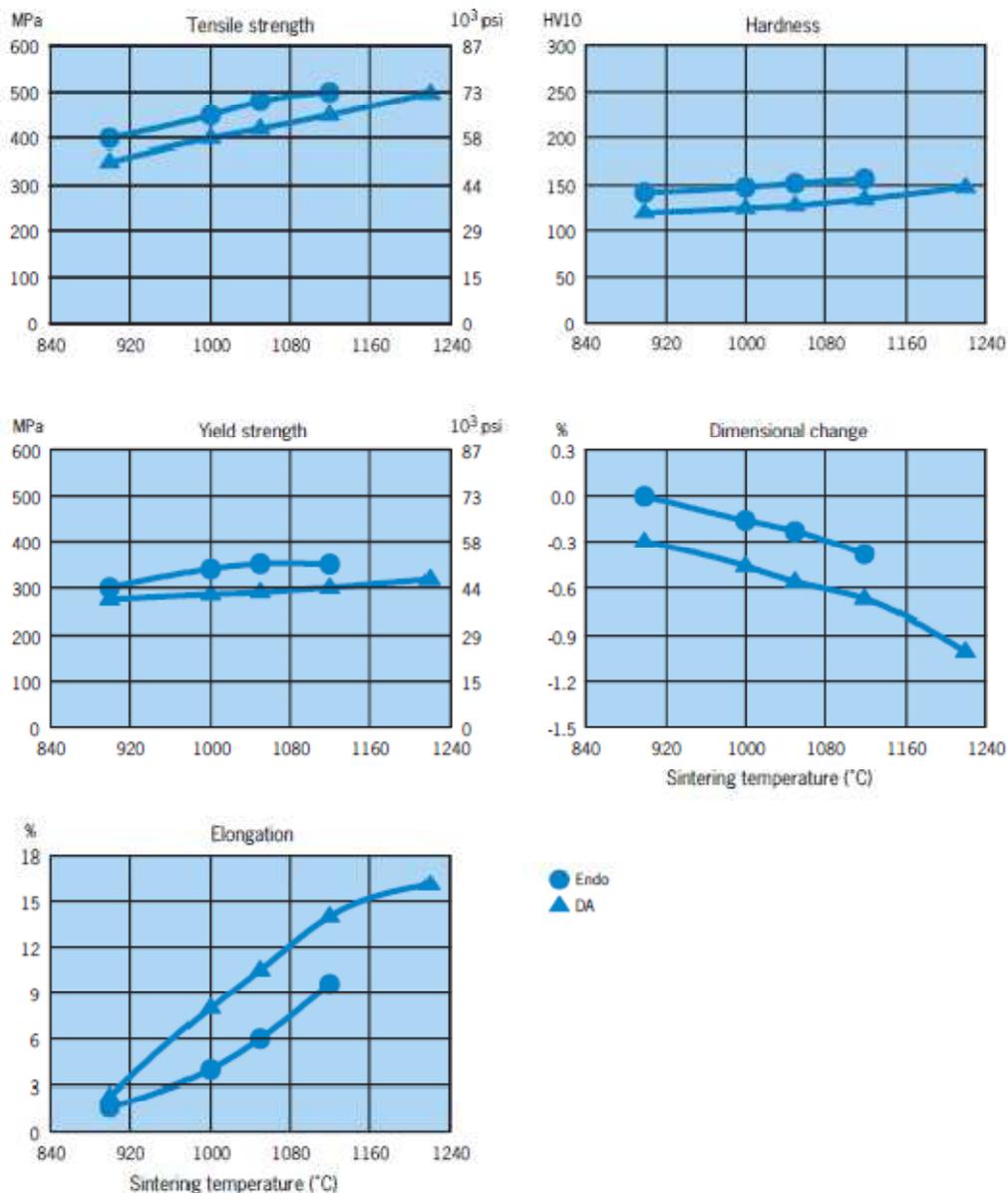


Figura 13. Variación de las propiedades del polvo PASC60 con respecto a la temperatura de sinterización, para un lubricante 0,8% estearato de zinc ó 0,6% Kenolube P11 a presiones de compactación de 589 MPa, sinterizado durante 30 min en atmósfera DA ó Endogas. [15]

## 3.2.2. Polvo Astaloy Mo

El Astaloy Mo es un polvo de acero atomizado por agua que está prealeado con un 1,5% de molibdeno. Esta calidad proporciona una alta compresibilidad y una microestructura homogénea tras el sinterizado. Esto, unido a su óptima templabilidad, hace de este polvo una excelente elección para componentes que requieran un endurecimiento superficial. El resultado es una gran dureza superficial y una buena dureza en el núcleo.

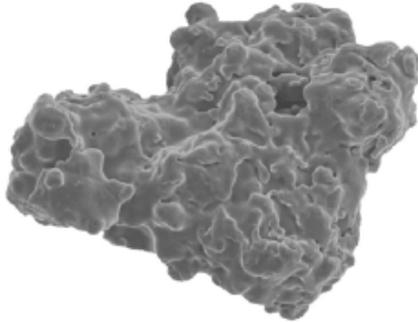


Figura 14. Morfología del Astaloy Mo. [15]

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

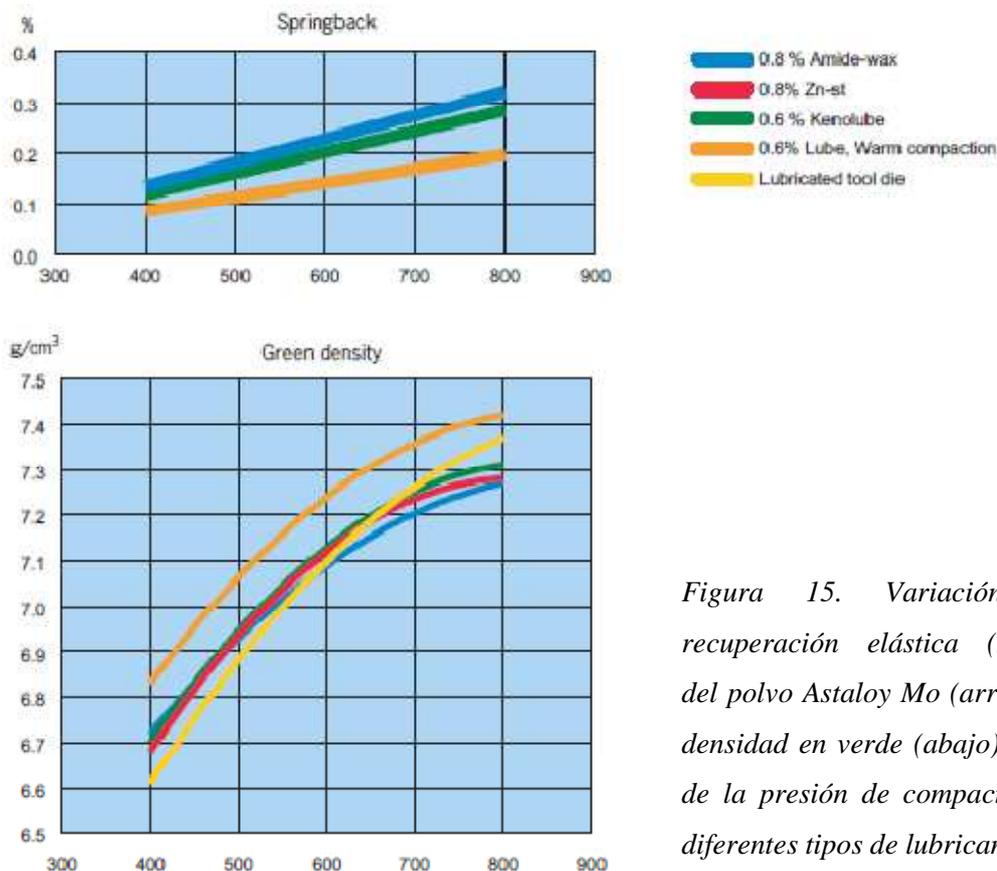


Figura 15. Variación de la recuperación elástica (springback) del polvo Astaloy Mo (arriba) y de la densidad en verde (abajo) en función de la presión de compactación para diferentes tipos de lubricantes. [15]

## Procedimiento Experimental

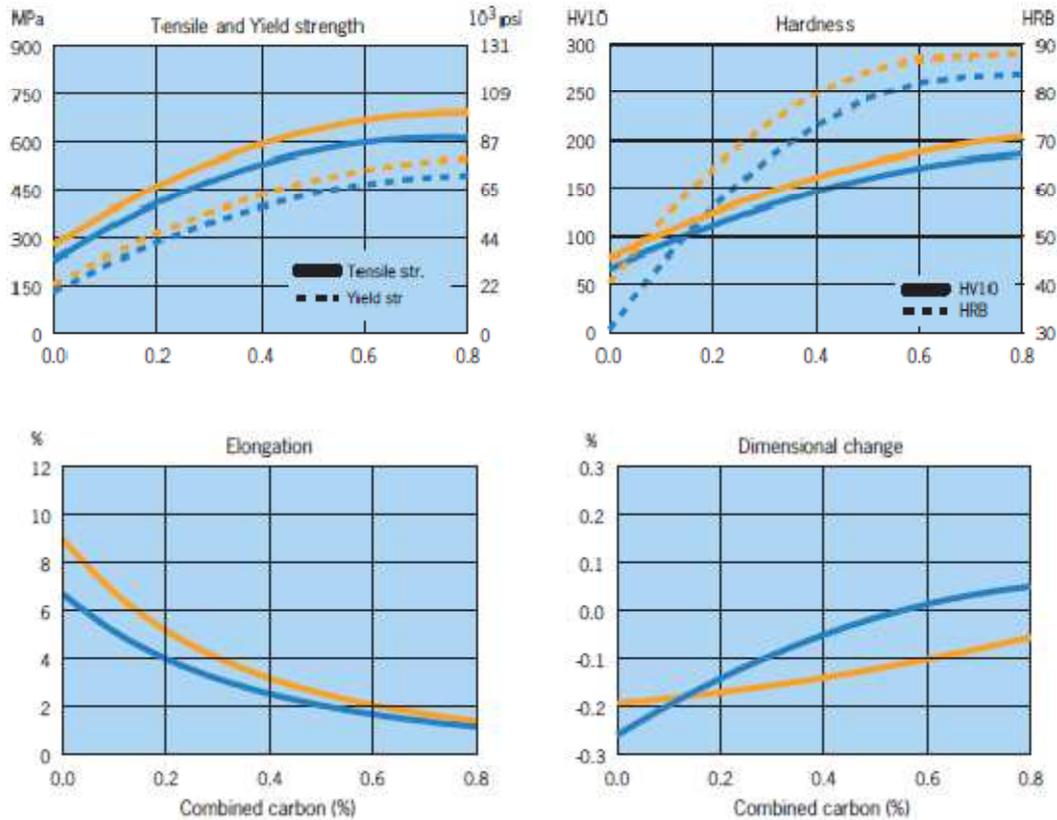


Figura 16. Variación de las propiedades del polvo Astaloy Mo con respecto al contenido en carbono, para un lubricante 0,8% cera de amida (azul) ó 0,6% Lube (naranja) a presiones entre 500-600 MPa en compactación convencional (azul) ó en caliente (naranja), sinterizado a 1120 °C durante 30 min en atmósfera de  $N_2/H_2$  en proporción 90/10. [15]

### 3.2.3. Grafito

El grafito es una forma cristalina del carbono con una estructura en capas y con planos basales de átomos de carbono de empaquetamiento compacto. Destacar que el grafito es un buen conductor térmico y eléctrico, oxidable a partir de 500 °C, resistente al ataque químico, y su resistencia y rigidez aumentan con la temperatura. [16]

Entre las características que hacen del grafito un material apropiado para la obtención de aceros y aleaciones pulvimetalúrgicas destacan su buena fluidez, su capacidad de aglomeración y su capacidad lubricante, facilitando, de esta forma, la compactación. [17]

Para la realización de este proyecto, se ha utilizado grafito natural, cristalino y laminar de denominación comercial EDM 96/97 de la empresa española JLQ ISMAF S.L.

### 3.3. PROCESO DE FABRICACIÓN DE PROBETAS

En este apartado, se describen cada una de las etapas que se han llevado a cabo para la fabricación de las probetas sinterizadas que, posteriormente, se han sometido a estudio.

Así, en la siguiente figura se muestra un esquema del proceso a seguir para la fabricación de las mismas, desde la obtención de las distintas mezclas de polvos hasta el sinterizado final.

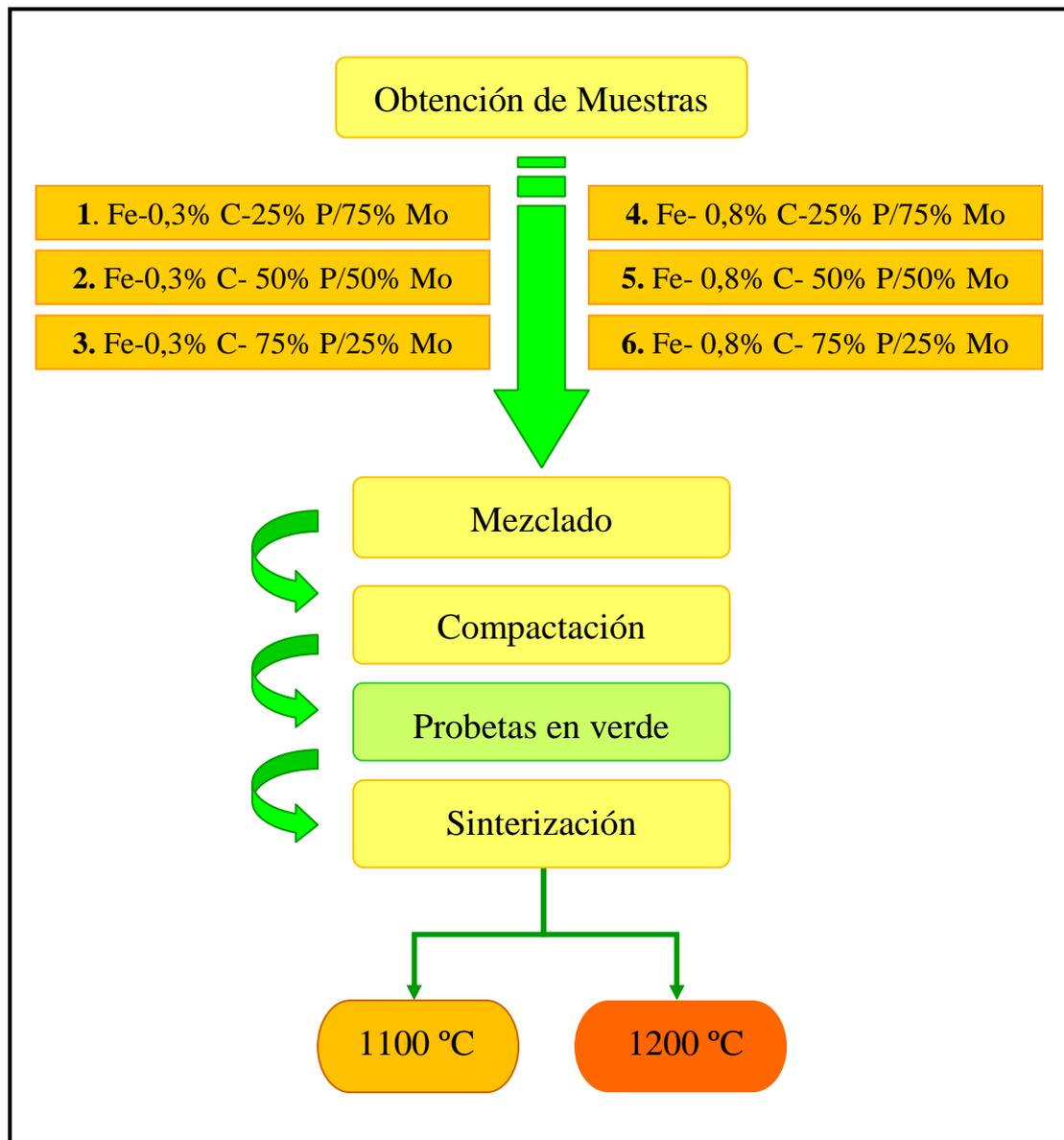


Figura 17. Esquema del proceso de obtención de las probetas sometidas a estudio.

## Procedimiento Experimental

### 3.3.1. Obtención de las muestras

Como se ha comentado anteriormente, el presente proyecto consiste en la realización de un estudio de las propiedades y el comportamiento de aceros sinterizados Fe-P-Mo-C, y para ello, se han fabricado seis aceros de distinta composición química a partir de los materiales descritos en el apartado 3.2 del presente documento. Las diferentes composiciones químicas de cada uno de los aceros que se someterán a estudio son:

1. Acero Fe - 0,3%C - 25% PASC60 / 75% Astaloy Mo
2. Acero Fe - 0,3%C - 50% PASC60 / 50% Astaloy Mo
3. Acero Fe - 0,3%C - 75% PASC60 / 25% Astaloy Mo
4. Acero Fe - 0,8%C - 25% PASC60 / 75% Astaloy Mo
5. Acero Fe - 0,8%C - 50% PASC60 / 50% Astaloy Mo
6. Acero Fe - 0,8%C - 75% PASC60 / 25% Astaloy Mo

Para poder fabricar las distintas muestras de cada uno de estos aceros, se ha partido de una cantidad de 180 gramos y, a partir de ésta, se han realizado los cálculos pertinentes para obtener la cantidad a añadir de cada uno de los materiales a emplear (ver Tabla I).

Nº MUESTRA	Gramos Totales	Gramos de Grafito	Gramos PASC60 (Fe-0,6%P)	Gramos Astaloy Mo (Fe-1,5%Mo)
1	180	0,54	44,87	134,60
2		0,54	89,73	89,73
3		0,54	134,60	44,87
4		1,44	44,64	133,92
5		1,44	89,28	89,28
6		1,44	133,92	44,64

*Tabla I. Cantidades (en gramos) a añadir en cada una de las muestras de 180 g. para la obtención de las composiciones químicas de cada uno de los aceros a fabricar.*

### 3.3.2. Mezclado

Una vez obtenidas las muestras con la proporción adecuada de cada uno de los materiales, se someten todas ellas a un proceso de mezclado con el fin de conseguir una buena homogeneidad en las mezclas realizadas.

En este caso, el proceso de mezcla se lleva a cabo en un molino mezclador marca WAB, modelo TURBULA, durante un tiempo de 25 minutos, en el cual, los contenedores de cada muestra se exponen a un movimiento tridimensional que somete a la propia mezcla a un vaivén continuo y a cambios constantes de dirección consiguiendo, por tanto, la mezcla homogénea de polvos.



Figura 18. Mezclador TURBULA WAB.

Estos mezcladores presentan una extraordinaria eficacia de mezcla debido a que cumplen con los movimientos de rotación, traslación e inversión de la teoría geométrica de mezclado de Schatz. Además, se emplean en las más variadas industrias y son muy adecuados para investigación, en especial, cuando se precisan condiciones de alta homogeneidad y tiempos de mezcla cortos. [23]

### 3.3.3. Compactación

Tras el proceso de mezcla, la siguiente etapa del proceso de fabricación de las probetas es la compactación de los polvos. Para ello, se utiliza una prensa hidráulica mediante la cual se realiza una compactación uniaxial de simple efecto, ya que únicamente se aplica presión desde la parte inferior y con un punzón incluido en la matriz, y con matriz flotante, siendo ésta para compactar probetas normalizadas de tracción de 1 in<sup>2</sup> de sección.

En la compactación de todas las probetas se aplica una presión de 700 MPa (aprox. 45 toneladas), típica para compactar aleaciones base hierro, no empleando en ningún caso, presiones de compactación superiores a los 800 MPa debido al riesgo de sobrepresiones en los punzones.

## Procedimiento Experimental

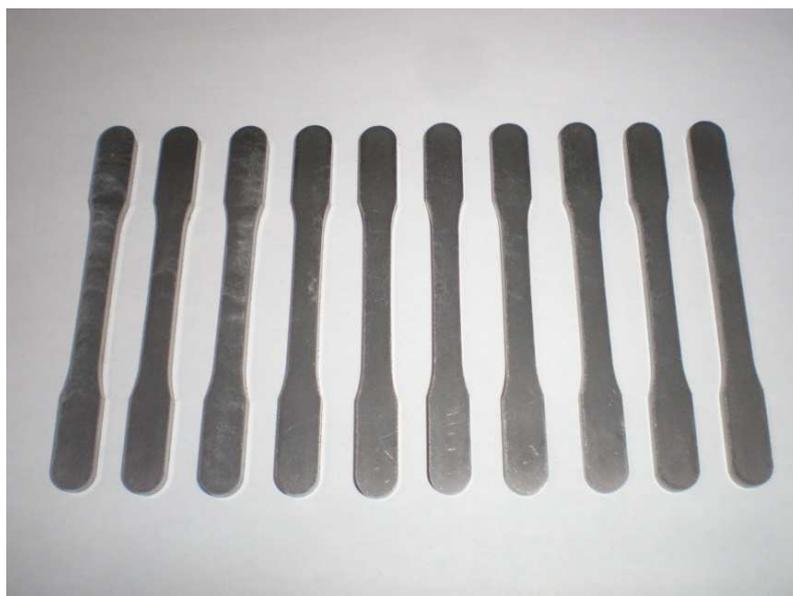
---

Además, en esta etapa, resulta de vital importancia la utilización de lubricantes para evitar tanto el gripado de los punzones como la aparición de defectos superficiales en las probetas en verde durante su extracción de la matriz. Por estos motivos, en todas las compactaciones se han lubricado las paredes de la matriz con estearato de zinc en forma de polvo, el cual será eliminado en la etapa de sinterización.



*Figura 19. Matriz flotante (izquierda) empleada en la compactación de las probetas en verde y sección normalizada de las probetas de tracción (derecha).*

Para la realización de este proyecto, se han compactado un total de 60 probetas correspondientes a 10 probetas por composición y, de esas diez probetas, 5 de ellas serán sinterizadas a una temperatura de 1100 °C, y las 5 restantes, a una temperatura de 1200 °C.



*Figura 20. Lote de 10 probetas en verde compactadas a 700 MPa.*

### 3.3.4. Sinterización

Como se ha comentado anteriormente, uno de los objetivos del presente proyecto es estudiar las propiedades y el comportamiento de aceros sinterizados Fe-P-Mo-C teniendo en cuenta distintas temperaturas de sinterización. Por tanto, una vez compactadas todas las probetas en verde, se procede a la sinterización de las mismas en un horno de sinterización de tubo horizontal a dos temperaturas distintas, por lo que se tienen dos ciclos de sinterizado diferentes: el ciclo A y el ciclo B.

- ✓ **Ciclo A:** Sinterización a una temperatura de 1100 °C durante 30 minutos, con una velocidad de calentamiento de 5 °C/min y enfriamiento en horno.
- ✓ **Ciclo B:** Sinterización a una temperatura de 1200 °C durante 30 minutos, con una velocidad de calentamiento de 5 °C/min y enfriamiento en horno.

Ambos ciclos (ver Figura 21) se realizan en una atmósfera controlada en el interior del horno de características reductoras y de composición: 90% N<sub>2</sub> - 10% H<sub>2</sub>- 0,1% CH<sub>4</sub>. Decir tiene que con este tipo de atmósfera se evita la oxidación de las probetas y se minimiza la pérdida de carbono.

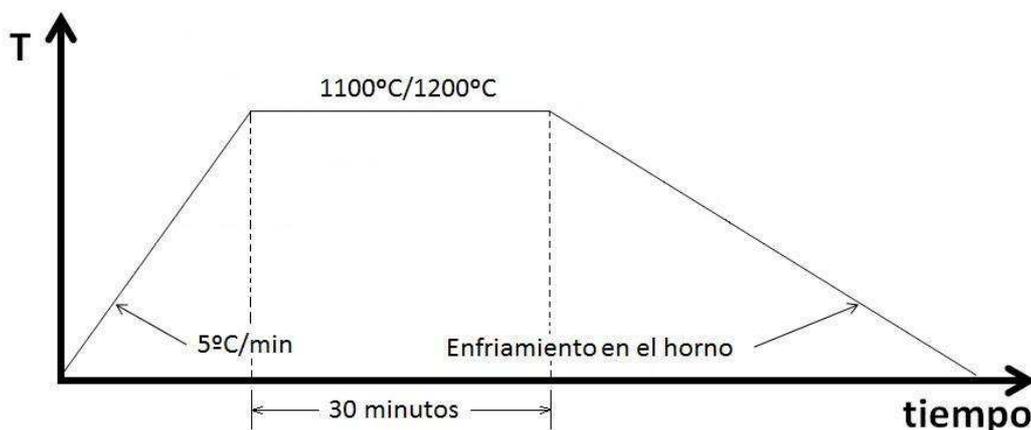


Figura 21. Esquema del ciclo de sinterización realizado en el presente proyecto.

Resumiendo todo el proceso de obtención de probetas se tiene que, en este proyecto se cuenta con 6 tipos distintos de probetas según su composición química, compactando 10 probetas por composición y obteniendo un total de 60 probetas en verde.

## Procedimiento Experimental

---

A su vez, dentro de cada lote de 10 probetas, 5 de ellas se han sinterizado a una temperatura de 1100 °C, y las 5 restantes de cada lote, a una temperatura de 1200 °C, por lo que se tienen 2 sublotes dentro de cada uno de los lotes. De esta forma, se han realizado 12 sublotes de 5 probetas sinterizadas cada uno, distintos según composición y temperatura de sinterización, de los que se obtendrán sus propiedades y comportamiento.

### 3.4. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO

Para realizar un estudio del comportamiento que presenta un material y de sus propiedades, en primer lugar, es necesario conocer de manera exacta la composición química del mismo, en concreto, su contenido en carbono, y así poder explicar los fenómenos que se observen en los ensayos a los que éste es sometido. Por todo ello, se determina únicamente el porcentaje de carbono presente en las probetas sinterizadas de cada uno de los sublotes de materiales.

La determinación del porcentaje de carbono se realiza empleando un analizador carbono-azufre de la marca Leco, modelo CS-200. Este equipo de medida permite la cuantificación en peso de carbono y azufre a través de la medición de absorción de luz infrarroja de los gases de combustión de las muestras.

Su diseño se basa en un horno de inducción ideado para producir la combustión de las muestras, operando a una frecuencia de 18 MHz. Un microprocesador ejerce el control sobre los gases resultantes de la combustión, los analiza mediante detectores infrarrojos, que minimizan el ruido de fondo existente, aumentando la precisión de las mediciones.

El principio del análisis de carbono consiste en oxidar la muestra, calentándola en una atmósfera de oxígeno, para formar CO<sub>2</sub> que posteriormente se mide con un detector de infrarrojos. Para determinar las concentraciones de carbono de cada uno de los 12 materiales, se han de introducir muestras tanto de dos aceros patrones de los que ya se tiene la composición exacta como de nuestros aceros sinterizados Fe-P-Mo-C, procurando que las concentraciones de éstos sean intermedias (a las de los dos aceros patrones) para así obtener una mayor exactitud en los resultados.

Las muestras, de entre 0,3 y 0,5 gramos de peso, se introducen en el analizador en pequeños crisoles cerámicos junto con un fundente, en este caso, de denominación

## Procedimiento Experimental

---

comercial Lecocel II, cuya misión es disolver y oxidar los recubrimientos exteriores con el fin de mejorar la fluidez del proceso de fundición, lo que permite que el carbono de las muestras se oxide en un tiempo breve.

En el análisis se obtendrá una señal que no es atribuible a las muestras. Esto responde a la combinación de impurezas en el gas, el crisol y el fundente. Por ello, debe determinarse la contribución media de estas fuentes a la señal de carbono para poder calcular la contribución de las muestras. Es imposible eliminar la variabilidad de los niveles de impureza de estas fuentes, y eso afecta a la capacidad de determinación que se precisa en niveles muy bajos. Puesto que el método es relativamente rápido, normalmente se suelen repetir los análisis para mejorar la precisión de la determinación. En este caso, se han realizado tres análisis por cada uno de los materiales sometidos a estudio, tomando la media de cada uno de ellos como resultado final.

### 3.5. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES Y ENSAYOS

En este apartado se realiza una explicación concisa sobre cómo se han determinado diversas propiedades físicas de los aceros sinterizados que se estudian, como por ejemplo, la densidad y la variación dimensional, así como los ensayos metalográficos y mecánicos realizados.

#### 3.5.1. Determinación de Propiedades Físicas

En el presente proyecto, únicamente se han determinado dos propiedades físicas de cada uno de los aceros sinterizados, la densidad y la variación dimensional, que se explican a continuación de forma más detallada.

##### 3.5.1.1. Densidad

La densidad es una de las propiedades más importantes de un material y, en especial, cuando se hace referencia a materiales fabricados mediante pulvimetalurgia, ya que es esta propiedad la principal diferencia entre estos materiales y otros con la misma composición fabricados por métodos convencionales. Además, se ha de tener en cuenta que la densidad tiene una gran influencia en el resto de propiedades.

## Procedimiento Experimental

Los valores de densidad de los distintos materiales se han determinado siguiendo el principio de Arquímedes, tal y como se describe en la norma MPIF 42 [18] y/o en la norma ISO 2738:1999 (E) [19]. Según éstas, la densidad del material sinterizado se calcula a partir de la siguiente expresión:

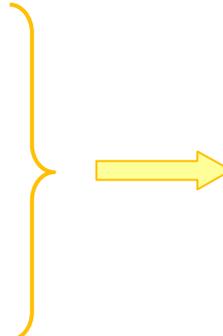
$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_w}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{laca}}\right)}$$

donde:

- $m_1$  = Peso en aire del material sinterizado.
- $m_2$  = Peso en aire del material sellado y seco.
- $m_3$  = Peso del material sellado sumergido en agua.
- $\rho_w$  = Densidad del agua (18 °C,  $\rho = 0,9976 \text{ g/cm}^3$ ).
- $\rho_{laca}$  = Densidad de la laca (en este caso,  $\rho = 1,2 \text{ g/cm}^3$ ).

Se ha de tener presente que, al tratarse de materiales porosos y, antes de su inmersión en agua, se debe realizar el sellado de los poros superficiales por medio de una laca o pintura. En este caso, se ha utilizado una laca con la que se han impregnado todas las muestras y, posteriormente, se han dejado secar durante 24 horas antes de realizar las medidas de peso en una balanza de precisión.

Posteriormente, para cada uno de los materiales ensayados se han determinado los valores de densidad relativa a partir de la densidad teórica y la densidad de sinterizado, obtenida ésta como se ha comentado anteriormente. Así, la densidad relativa de un material sinterizado se calcula según la siguiente expresión:

$$\rho_{Teórica} = \frac{100}{\sum w_i / \rho_i}$$
$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_w}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{laca}}\right)}$$

$$\rho_{Relativa} (\%) = \frac{\rho_s}{\rho_{Teórica}} \cdot 100$$

### 3.5.1.2. Variación dimensional

En general, en el proceso pulvimetalúrgico las probetas sinterizadas sufren una variación dimensional con respecto a su estado en verde por lo que resulta conveniente calcular esta variación. En este caso, todas las medidas se han realizado empleando un calibre digital marca Mitutoyo con apreciación de centésimas de milímetro, y los pasos seguidos para calcular dicha variación dimensional han sido los siguientes:

1. Medir la *longitud de las probetas en verde* “ $l_0$ ”. Este proceso se ha realizado para cada una de las 5 probetas que componen los 12 sublotes de diferentes materiales.
2. Medir la *longitud de las probetas sinterizadas* “ $l_s$ ”. Igualmente, el proceso se ha realizado para cada una de las 5 probetas que componen los 12 sublotes de diferentes materiales.
3. Calcular la *variación dimensional* “ $v_{DIM}$ ” de cada una de las probetas a partir de la siguiente expresión:

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

4. Obtener el *valor medio de variación dimensional* para cada uno de los 12 sublotes de diferentes materiales a partir de los valores obtenidos para cada probeta.

### 3.5.2. Ensayos Metalográficos

La metalografía es la disciplina que estudia las características estructurales o constitutivas de un metal o aleación relacionándolas con las propiedades físicas y mecánicas. También se debe considerar la metalografía como una técnica que, con el uso de microscopios, permite conocer la estructura interna del material sometido a estudio, revelando la organización espacial de fases y compuestos que conforman dicho material metálico.

Para la realización de estos ensayos y posterior examen metalográfico mediante microscopio es necesario preparar las muestras metalográficas. La preparación de dichas muestras se realiza siguiendo los diferentes procesos de corte, embutición, desbaste, pulido y ataque de las muestras que se detallan a continuación.

### *3.5.2.1. Preparación de muestras metalográficas*

#### ➤ **Corte**

El corte de las muestras de los distintos aceros a estudiar se realiza mediante una cortadora de precisión automática Presi, modelo MECATOME T 201 A, con disco de corte y refrigeración constante mediante taladrina, evitando así, en la medida de lo posible, el sobrecalentamiento de las muestras y la alteración de las condiciones microestructurales de las mismas.

#### ➤ **Embutición**

La embutición de las muestras a analizar se realiza para tener un mejor manejo de las mismas y poderlas lijar y pulir con mayor facilidad. En este caso, la embutición se realiza en caliente en una embutidora Bitech Europe y se emplea una resina conductora (de color negro) para, posteriormente, poder estudiar las muestras en el microscopio electrónico de barrido.

#### ➤ **Desbaste y pulido**

En el desbaste se pretende eliminar la capa de material distorsionado, consiguiendo una superficie lisa y exenta de irregularidades. Esta etapa se realiza mediante una desbastadora de lijas de disco Biomet, modelo Grinder-Polisher, formada por una rueda giratoria refrigerada por agua, a una velocidad seleccionable de 350 rpm. Los papeles de esmeril están formados por partículas abrasivas de SiC de granulometría variable (180, 320, 600 y 1000).

La superficie de cada una de las muestras se ha de desbastar de manera uniforme y disminuyendo sucesivamente el tamaño de grano del papel, relacionado con el número de papel de desbaste, hasta llegar al papel de menor tamaño de grano. Además, es importante tener en cuenta que al cambiar de papel se ha de cambiar la dirección de desbaste en 90° para eliminar las rayas originadas (colas de cometa) por el papel de desbaste anterior.

Tras el desbaste de las probetas comienza la etapa de pulido, la cual se realiza mediante un paño de alúmina de 1 micra y otro de 0,3 micras en una pulidora de la marca Struers, modelo DAP-7. La muestra final debe presentar una superficie especular (acabado

## Procedimiento Experimental

---

de espejo), y esto se consigue mediante la utilización de un abrasivo fino, en este caso, alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), la cual se vierte disuelta en agua sobre un disco rotatorio cubierto de un paño y ejerciendo la presión correcta entre la muestra y el propio paño se logra el acabado deseado.

Tras realizar el pulido, la muestra se lava con abundante agua, se rocía con alcohol y se deja secar al aire, comprobando mediante microscopio que la superficie de la muestra es especular y está libre de marcas y/o rayas provenientes del propio pulido.

### ➤ **Ataque químico**

El ataque químico se realiza utilizando diferentes reactivos y tiempos de ataque, dependiendo del material en estudio. En este caso, para aceros sinterizados se emplea el reactivo Nital 2 (2% en volumen de ácido nítrico en etanol). Este ataque revela tanto la microestructura del acero, en la que se diferencian los distintos componentes del metal, como los límites de grano. El tiempo de ataque aproximado es de entre 2 y 3 segundos y se aplica a temperatura ambiente.

### ***3.5.2.2. Estudio microestructural***

Una vez que las muestras se han atacado, se procede a su examen metalográfico mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. En este caso, se ha realizado un amplio estudio microestructural de todos y cada uno de los 12 materiales sinterizados en este proyecto.

En lo que respecta a la microscopía óptica, se emplea un microscopio invertido dotado de campo claro y luz polarizada con objetivos de diferentes aumentos. Este equipo permite la captura de imágenes por ordenador que posteriormente, se procesan por medio de un programa de tratamiento de imágenes.

En lo que se refiere a la microscopía electrónica de barrido, se emplea un microscopio electrónico de barrido que usa electrones en lugar de luz para formar una imagen. Sus principales ventajas frente a la microscopía óptica consisten en una gran profundidad de campo, la cual permite enfocar superficies irregulares y rugosas, y su alta resolución.

### 3.5.3. Ensayos Mecánicos

#### 3.5.3.1. Ensayos de dureza

La dureza de un material representa la resistencia del mismo a la deformación de su superficie causada por el efecto de un cuerpo geoméricamente definido. Generalmente, la determinación de la dureza en los materiales sinterizados presenta algunos problemas, por lo que siempre se hará referencia a la dureza aparente la cual incluye porosidades [6].

Como la medida de dureza se ve normalmente interferida por la presencia de poros en el volumen afectado por la huella del indentador, la dispersión de los valores obtenidos en materiales sinterizados es mayor que en aceros convencionales. Por ello, para utilizar este parámetro como criterio de aceptación de calidad se deben establecer una zona de medida, número y tolerancia para los valores de referencia.

Este ensayo se realiza por medio de un durómetro de escala Vickers de la marca Wilson Wolpert, modelo LAC-01, y siguiendo el procedimiento establecido por la norma MPIF 43 [20]. El ensayo consiste en hacer sobre la superficie de la muestra una huella con un penetrador Vickers, el cual es una punta de diamante con forma piramidal de base cuadrada y con determinado ángulo entre las caras opuestas, y medir las diagonales de dicha huella tras retirarse la carga. En la siguiente figura se muestra el esquema de un penetrador Vickers.

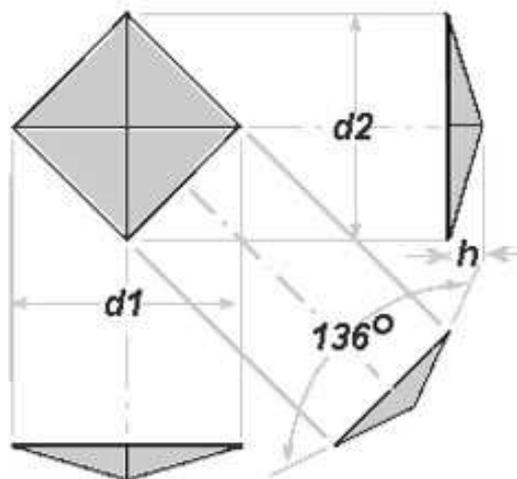
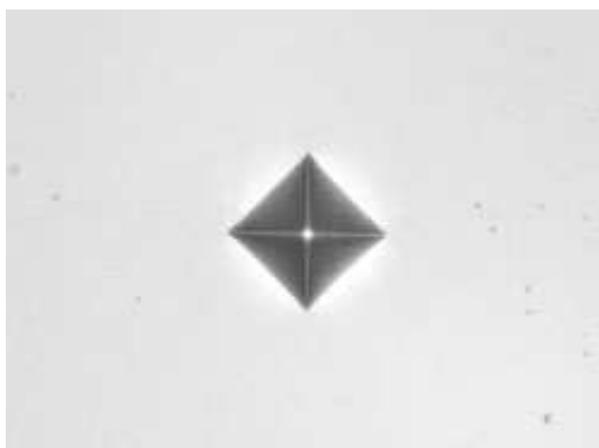


Figura 22. Esquema de un penetrador Vickers. [22]

## Procedimiento Experimental

---

El ensayo se inicia localizando con el objetivo del microscopio la zona donde se desea aplicar la carga y medir la dureza aparente. Una vez seleccionada esta zona, se sustituye el objetivo por el penetrador Vickers, coincidiendo el eje de la pirámide del mismo con el eje óptico del microscopio. La carga se aplica durante un tiempo dado, eliminándose a continuación y sustituyendo de nuevo el penetrador por el objetivo del microscopio para poder medir las diagonales de la huella piramidal marcada sobre la muestra.



*Figura 23. Huella de un penetrador Vickers. [22]*

En este caso, se realiza un ensayo Vickers 30 (HV 30/10) aplicando una carga de 30 kgf con un tiempo de aplicación de la misma de 10 segundos. El ensayo se lleva a cabo en todas las probetas de cada uno de los distintos materiales sinterizados, realizándose ocho medidas por probeta en las cabezas de las mismas para que estas marcas no actúen como concentradores de tensión en el ensayo de tracción. De los ocho valores de dureza obtenidos por probeta, se descartan los dos valores más pequeños y se obtiene la media aritmética de los seis restantes.

El software del durómetro empleado en este ensayo calcula directamente el valor de dureza Vickers (HV 30) tras introducir la medida de cada una de las diagonales de la huella realizada por el indentador. La expresión utilizada en el cálculo es la siguiente:

$$HV(30) = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2}$$

siendo “P” la carga aplicada expresada en kilogramos-fuerza ó newton (30 kgf en HV 30) y “d” la media aritmética de las longitudes de las diagonales de cada huella, expresada en milímetros (mm).

### 3.5.3.2. Ensayos de tracción

El ensayo de tracción de un material consiste en someter a una probeta, normalizada o no, realizada con dicho material a un esfuerzo axial de tracción creciente hasta que se produce la rotura de la probeta. En este ensayo se mide la resistencia que ofrece un material a la deformación así como la carga que es capaz de soportar.

Para la realización de estos ensayos se ha procedido según la norma ASTM estándar E8/E8M-11 [21], en la que se especifican tanto la geometría y dimensiones de las probetas ensayadas a tracción como las propiedades que han de tener los equipos con los que se realizan dichos ensayos.

Los ensayos de tracción se realizan en una máquina electrohidráulica empleando una célula de carga máxima de 50 kN y una velocidad de ensayo de 1 mm/min. Además, la propia máquina está conectada a un equipo informático de tratamiento de datos que permite monitorizar y almacenar la información relativa al ensayo para, posteriormente, poder obtener los diagramas tensión-deformación.

En este caso, se han ensayado a tracción las 5 probetas de cada uno de los diferentes tipos de aceros Fe-P-Mo-C obtenidos tras el proceso de sinterización. Así, y una vez realizados los ensayos, se han obtenido los valores medios, correspondientes a los 12 materiales sometidos a estudio, de las siguientes propiedades mecánicas:

#### ➤ Resistencia a tracción

Se calcula según la siguiente expresión:

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

donde “ $R_m$ ” es la resistencia a tracción expresada en (MPa), “ $F_m$ ” es la carga máxima que soporta la probeta durante el ensayo expresada en (N), y “ $S$ ” es la sección resistente de la probeta expresada en  $\text{mm}^2$ .

### ➤ Límite elástico (al 0,2%)

Se calcula según la siguiente expresión:

$$L.E. (0,2\%) = \frac{F_{L.E.}}{S}$$

donde “L.E.” es el valor del límite elástico (al 0,2%) expresado en (MPa), “ $F_{L.E.}$ ” es la carga que soporta la probeta en el límite elástico (al 0,2%) en (N), y “S” es la sección resistente de la probeta expresada en  $\text{mm}^2$ .

### ➤ Alargamiento a rotura

En este caso, el alargamiento a rotura no es realizado automáticamente por la máquina de ensayos, por no disponer de los dispositivos adecuados para su medición, por lo que éste se mide manualmente empleando un calibre digital marca Mitutoyo con apreciación de centésimas de milímetro.

En primer lugar, antes de realizar el ensayo de tracción se realizan dos marcas en la sección central de cada probeta separadas una distancia de 35 mm, siendo ésta la longitud inicial “ $L_o$ ” de la probeta. Posteriormente, y tras realizar el ensayo, se unen las dos partes en las que ha quedado dividida la probeta y se vuelve a medir la distancia entre marcas, siendo ésta la longitud final “ $L_f$ ” de dicha probeta. La diferencia entre la longitud final “ $L_f$ ” y la longitud inicial “ $L_o$ ” expresada como un porcentaje de la longitud inicial da como resultado el alargamiento porcentual a rotura, calculándose según la expresión:

$$\Delta L (\%) = \frac{L_f - L_o}{L_o} \cdot 100$$

# **CAPÍTULO 4: RESULTADOS Y ANÁLISIS**

## 4. RESULTADOS

### 4.1. FABRICACIÓN DE PROBETAS

En el presente proyecto y, como se ha comentado en el capítulo anterior, se han obtenido 6 tipos distintos de aceros según su composición química, compactando 10 probetas por composición y obteniendo un total de 60 probetas en verde. A su vez, dentro de cada lote de 10 probetas, 5 de ellas se han sinterizado a una temperatura de 1100 °C, y las 5 restantes, a una temperatura de 1200 °C, por lo que para una misma composición química se tienen 2 tipos de aceros diferentes según la temperatura de sinterización.

De esta forma, tras el proceso global de sinterizado se han obtenido 12 materiales distintos, según composición y temperatura de sinterización, de los cuales se han estudiado sus propiedades y estructura. A continuación, se detallan en la siguiente tabla las distintas composiciones químicas teóricas de todos y cada uno de los aceros obtenidos:

COMPOSICIÓN QUÍMICA TEÓRICA						
LOTE	Sublote	Temp. Sinterización	Denominación	% C	% P	% Mo
1	1	1100 °C	Fe - 0,3%C - 25%P / 75%Mo	0,3	0,15	1,12
	2	1200 °C				
2	3	1100 °C	Fe - 0,3%C - 50%P / 50%Mo	0,3	0,30	0,75
	4	1200 °C				
3	5	1100 °C	Fe - 0,3%C - 75%P / 25%Mo	0,3	0,45	0,37
	6	1200 °C				
4	7	1100 °C	Fe - 0,8%C - 25%P / 75%Mo	0,8	0,15	1,12
	8	1200 °C				
5	9	1100 °C	Fe - 0,8%C - 50%P / 50%Mo	0,8	0,30	0,75
	10	1200 °C				
6	11	1100 °C	Fe - 0,8%C - 75%P / 25%Mo	0,8	0,45	0,37
	12	1200 °C				

Tabla II. Composiciones químicas teóricas: contenido de carbono, fósforo y molibdeno de cada uno de los aceros obtenidos en el proceso de sinterización.

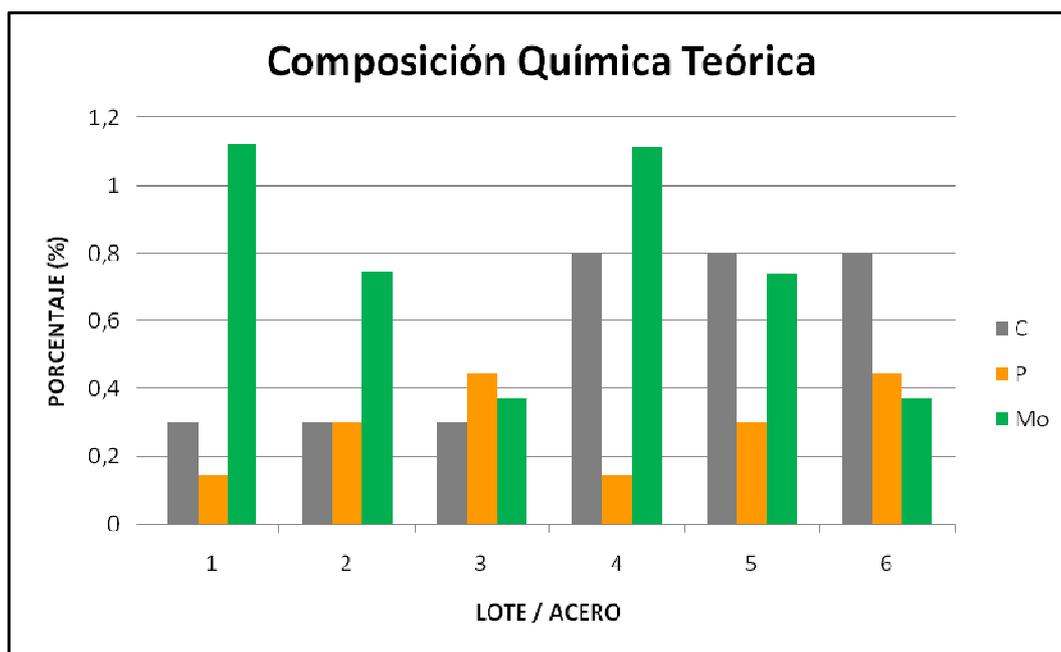


Figura 24. Composiciones químicas teóricas: contenido de carbono, fósforo y molibdeno de cada uno de los aceros obtenidos en el proceso de sinterización.

### 4.2. DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE CARBONO

Para realizar un estudio del comportamiento que presenta un material y de sus propiedades siempre es necesario conocer de manera exacta la composición química del mismo y, así, poder explicar los fenómenos que se observen en los ensayos a los que éste es sometido.

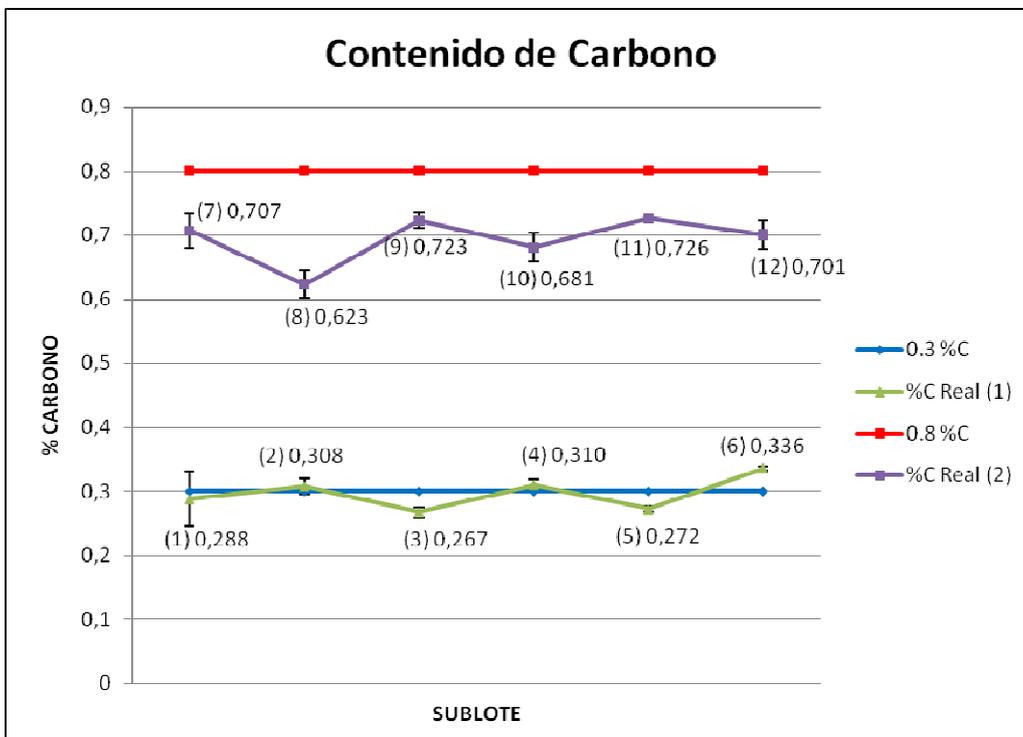
En el caso de aceros sinterizados suele producirse una pérdida de carbono durante la etapa de sinterización y, es por ello, que dicha etapa se realiza bajo atmósferas controladas con bajos contenidos en metano que minimizan la pérdida de carbono. Por este motivo, es necesario determinar el porcentaje de carbono real presente en las probetas sinterizadas de cada uno de los sublotes de materiales.

Tras realizar el procedimiento experimental comentado en el capítulo anterior, los resultados obtenidos y la comparativa entre el contenido teórico y real de carbono de cada uno de los aceros estudiados se muestran a continuación:

## Resultados y Análisis

Contenido de Carbono (LECO)				
LOTE	Sublote	% Carbono Teórico	% Carbono REAL	Desviación Estándar
1	1	0,3	<b>0,288</b>	0,0430
	2		<b>0,308</b>	0,0118
2	3	0,3	<b>0,267</b>	0,0081
	4		<b>0,310</b>	0,0085
3	5	0,3	<b>0,272</b>	0,0036
	6		<b>0,336</b>	0,0035
4	7	0,8	<b>0,707</b>	0,0266
	8		<b>0,623</b>	0,0217
5	9	0,8	<b>0,723</b>	0,0120
	10		<b>0,681</b>	0,0220
6	11	0,8	<b>0,726</b>	0,0046
	12		<b>0,701</b>	0,0220

*Tabla III. Contenido de carbono real en cada uno de los aceros estudiados.*



*Figura 25. Comparativa entre el contenido teórico y real de carbono, en tanto por cien, de cada uno de los aceros estudiados.*

## Resultados y Análisis

---

Analizando la figura anterior se observa cómo, en el caso de los aceros con un contenido teórico de carbono del 0,3%, la pérdida de éste es prácticamente despreciable, destacando que, en aquellos aceros sinterizados a una temperatura de 1200 °C dicha pérdida es nula, es decir, no se ha producido disminución alguna en el contenido de carbono del material.

Este hecho se debe al empleo de una atmósfera 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>-0,1%CH<sub>4</sub> durante la etapa de sinterizado del proceso pulvimetalúrgico. Así, adiciones de hidrógeno y metano a una atmósfera formada en un 90% por nitrógeno dan como resultado una atmósfera protectora con una capacidad reductora suficientemente alta, como consecuencia de la presencia de hidrógeno, y con un potencial de carbono suficientemente alto debido a la disociación térmica del propio metano [6]. Todo ello provoca que, el oxígeno presente reaccione principalmente con el hidrógeno (potente reductor) y no con el carbono del propio material, y en consecuencia, no se produzca una pérdida de carbono en éste.

En lo referido a los aceros con un contenido teórico del 0,8% de carbono, en todos ellos se observa una pequeña disminución en el contenido de éste, propia del proceso de sinterización, destacando que, en aquellos aceros sinterizados a una temperatura de 1200 °C la pérdida es ligeramente mayor que en los mismos aceros sinterizados a una temperatura de 1100 °C.

En ambos casos, se ha producido el fenómeno de decarburización, según el cual, el material pierde carbono de sus superficies como resultado del tratamiento térmico o del trabajo en caliente en un medio, por lo general oxígeno, que reacciona con el carbono. Este fenómeno es indeseable, dado que afecta a la capacidad de endurecimiento de la superficie de la pieza (al reducir su contenido en carbono). También afecta negativamente a la dureza, la resistencia, y la vida a fatiga de los aceros, al reducir de manera significativa su límite de fatiga.

En este caso, la decarburización es más acusada en aquellos aceros con mayor contenido en carbono (0,8%), pero aún así, la pérdida de éste no es excesiva gracias al empleo de una atmósfera protectora N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>-CH<sub>4</sub> durante la sinterización.

## 4.3. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES Y ENSAYOS

### 4.3.1. Determinación de Propiedades Físicas

#### 4.3.1.1. Densidad

El procedimiento de ensayo se realiza tal y como se describe en el “Capítulo 3, apartado 3.5.1.1.” del presente proyecto, siendo las expresiones utilizadas en el cálculo de las densidades de sinterizado y relativa las mostradas a continuación:

$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_w}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{laca}}\right)} \quad ; \quad \rho_{\text{Relativa}} (\%) = \frac{\rho_s}{\rho_{\text{Teórica}}} \cdot 100$$

En la siguiente tabla, se muestran los resultados de densidad de sinterizado y densidad relativa obtenidos en los ensayos realizados a cada uno de los aceros fabricados:

<b>DENSIDAD</b>					
<b>LOTE</b>	<b>Composición del acero</b>	<b>Temp. Sinterización</b>	<b>Densidad Sinterizado (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Desviación estándar</b>	<b>Densidad Relativa (%)</b>
<b>1</b>	Fe - 0,3%C - 0,15%P / 1,12%Mo	1100 °C	<b>7,28</b>	0,11	<b>96,00</b>
		1200 °C	<b>7,27</b>	0,11	<b>95,80</b>
<b>2</b>	Fe - 0,3%C - 0,3% P / 0,75%Mo	1100 °C	<b>7,26</b>	0,03	<b>94,77</b>
		1200 °C	<b>7,20</b>	0,15	<b>94,00</b>
<b>3</b>	Fe - 0,3%C - 0,45% P / 0,37%Mo	1100 °C	<b>7,18</b>	0,06	<b>92,87</b>
		1200 °C	<b>7,25</b>	0,09	<b>93,81</b>
<b>4</b>	Fe - 0,8%C - 0,15%P / 1,12%Mo	1100 °C	<b>7,23</b>	0,08	<b>96,83</b>
		1200 °C	<b>7,25</b>	0,04	<b>97,12</b>
<b>5</b>	Fe - 0,8%C - 0,3% P / 0,75%Mo	1100 °C	<b>7,18</b>	0,05	<b>95,29</b>
		1200 °C	<b>7,18</b>	0,07	<b>95,30</b>
<b>6</b>	Fe - 0,8%C - 0,45% P / 0,37%Mo	1100 °C	<b>7,15</b>	0,05	<b>94,05</b>
		1200 °C	<b>7,18</b>	0,05	<b>94,43</b>

*Tabla IV. Densidad de sinterizado y relativa de cada uno de los aceros estudiados.*

## Resultados y Análisis

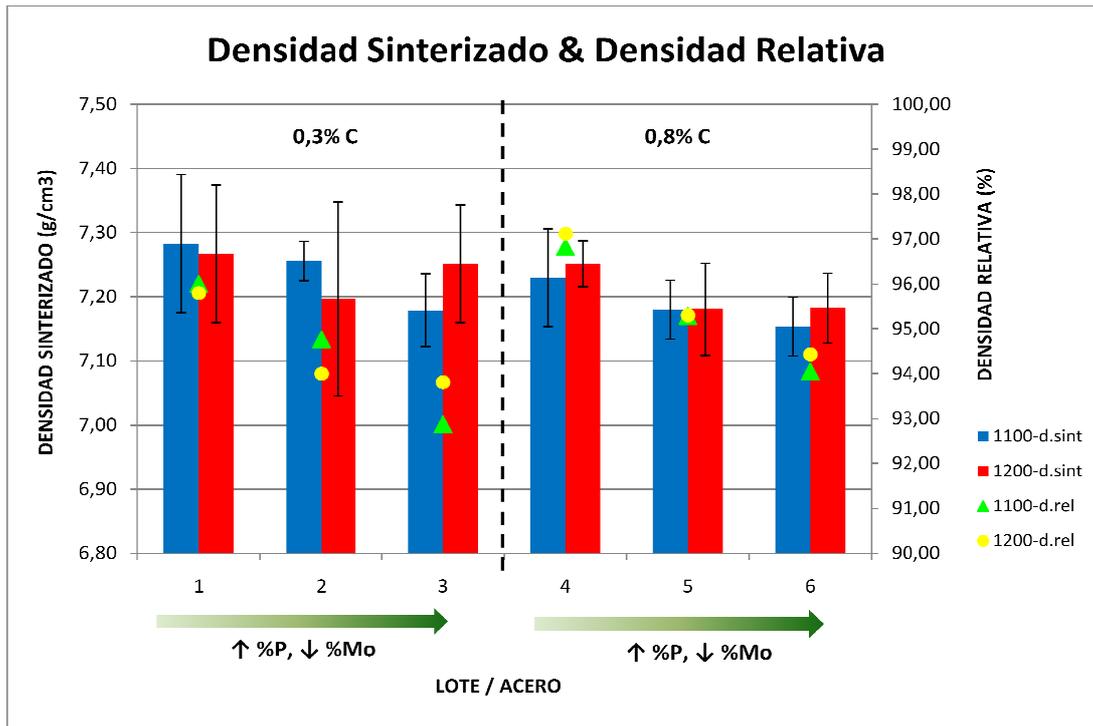


Figura 26. Comparativa de la densidad de sinterizado y relativa de los aceros estudiados.

Según los resultados representados en la figura, no se observa una tendencia muy clara en la densidad de sinterizado con respecto a la temperatura de sinterización y al contenido de elementos aleantes. Los valores de densidad obtenidos varían entre 7,15 y 7,30 g/cm<sup>3</sup> pero, todos ellos, tienen un intervalo de desviación estándar bastante grande por lo que los resultados pueden variar considerablemente.

En lo referido a la densidad relativa, sí se puede observar una tendencia clara en los resultados obtenidos con respecto al contenido de aleantes en el acero. En este caso, los valores de densidad varían entre el 93 y el 96% para aceros con contenidos del 0,3% C, y entre el 94 y el 97% para aquéllos con contenidos del 0,8% C. Para ambos contenidos de carbono, se observa cómo aquéllos con mayor contenido en fósforo presentan una densidad relativa menor que aquéllos con menor contenido de éste, hecho que se explica a partir del volumen de fase líquida formado durante el proceso de sinterización.

Como se ha comentado en el “Capítulo 2, apartado 2.2.” de este proyecto, el fósforo forma una fase líquida transitoria a partir de los 1050 °C por lo que, en aquellos aceros con mayor contenido de fósforo, el volumen de fase líquida formado durante la sinterización será mayor, lo que provocará mayores dilataciones en estos materiales y, por tanto, una disminución de su densidad relativa.

## Resultados y Análisis

### 4.3.1.2. Variación dimensional

La variación dimensional que sufren los materiales en el proceso pulvimetalúrgico es un dato importante a evaluar para poder determinar cómo afecta la sinterización a las dimensiones de las piezas. En este caso, se ha evaluado la variación dimensional de todas las probetas con respecto a su longitud en verde, tal y como se ha descrito en el capítulo anterior, obteniendo los siguientes resultados:

VARIACIÓN DIMENSIONAL				
LOTE	Composición del acero	Temp. Sinterización	V <sub>DIM</sub> (%) Sublote	Desviación Estándar
1	Fe - 0,3%C - 0,15%P / 1,12%Mo	1100 °C	<b>0,038</b>	0,006
		1200 °C	<b>-0,047</b>	0,018
2	Fe - 0,3%C - 0,3% P / 0,75%Mo	1100 °C	<b>0,076</b>	0,009
		1200 °C	<b>-0,011</b>	0,014
3	Fe - 0,3%C - 0,45% P / 0,37%Mo	1100 °C	<b>0,085</b>	0,006
		1200 °C	<b>-0,007</b>	0,006
4	Fe - 0,8%C - 0,15%P / 1,12%Mo	1100 °C	<b>0,136</b>	0,005
		1200 °C	<b>-0,016</b>	0,017
5	Fe - 0,8%C - 0,3% P / 0,75%Mo	1100 °C	<b>0,185</b>	0,006
		1200 °C	<b>0,027</b>	0,022
6	Fe - 0,8%C - 0,45% P / 0,37%Mo	1100 °C	<b>0,240</b>	0,006
		1200 °C	<b>0,122</b>	0,014

Tabla V. Variación dimensional de cada uno de los aceros estudiados.

Analizando los datos obtenidos se observa que todos los aceros sinterizados a una temperatura de 1100 °C experimentan una pequeña dilatación tanto mayor cuanto mayor es su contenido en carbono y en fósforo. Además, como se aprecia en la siguiente figura, aquellos aceros sinterizados a 1200 °C experimentan una pequeña contracción, inferior al 0,05%, aunque se podría decir que su variación dimensional es prácticamente nula. Se exceptúan, en este caso, los aceros de los lotes 5 y 6 que experimentan una dilatación, siendo mínima en el caso del acero correspondiente al lote 5.

## Resultados y Análisis

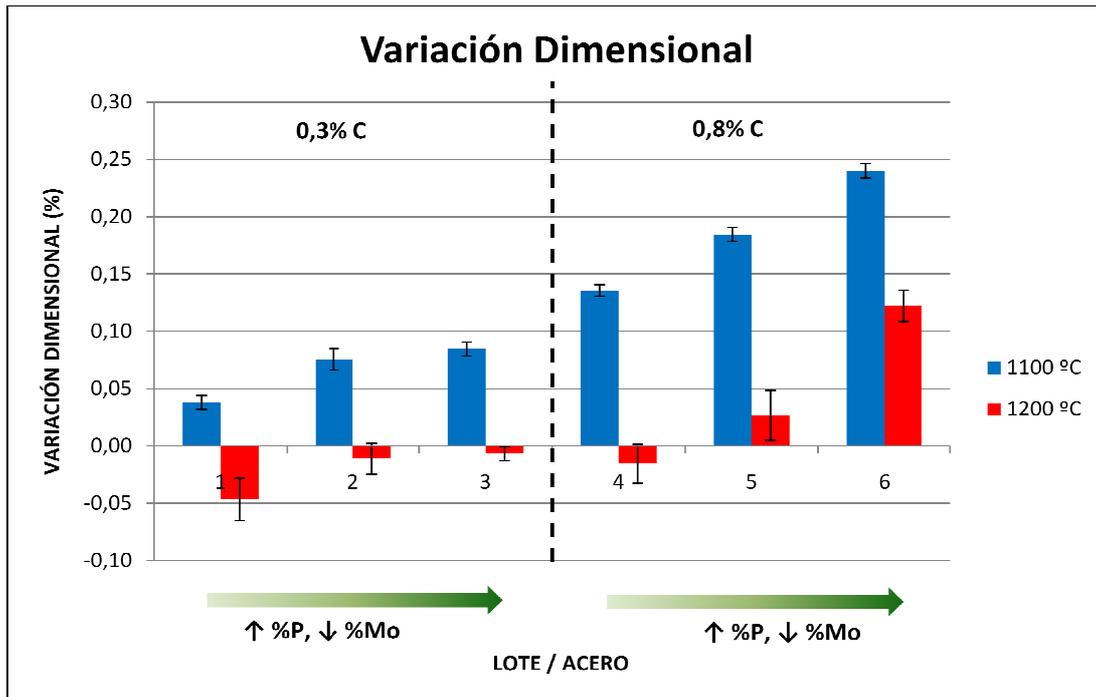


Figura 27. Comparativa de la variación dimensional de cada uno de los aceros estudiados.

La principal causa de estos cambios dimensionales se explica a partir del propio proceso de sinterización. En general, se han de tener en cuenta dos hechos relevantes: el primero de ellos es que, si durante la sinterización se produce la formación de una fase líquida, esto provocará una dilatación en el momento de la formación del líquido ( $\Delta_1$ ), y el segundo de ellos es que, durante la etapa isoterma, tiene lugar generalmente un fenómeno de contracción ( $\Delta_2$ ) debido a la formación y crecimiento de los cuellos entre partículas y al cierre de la porosidad (densificación). [24]

En este caso, al tratarse de aceros con un cierto contenido en fósforo, a temperaturas de sinterización superiores a 1050 °C, se forma una fase líquida transitoria durante la etapa de calentamiento. Como dichos aceros se han sinterizado a una temperatura de 1100 °C o 1200 °C, en todos ellos, se forma esta fase líquida que provocará una dilatación en los mismos, siendo ésta mayor cuanto mayor sea el volumen de fase líquida formado. Así, en aquellos aceros con más contenido en fósforo (aceros 3 y 6), se formará un volumen de fase líquida mayor y, por tanto, experimentarán mayores dilataciones. Posteriormente, en la etapa isoterma del proceso se producirá una contracción tanto mayor cuanto mayor sea la temperatura alcanzada en la sinterización, ya que a alta temperatura la fase líquida se distribuye y difunde mucho mejor.

Por lo tanto, se puede decir que, a la vista de los resultados, en los aceros sinterizados a una temperatura de 1100 °C la contracción en la etapa isoterma no llega a ser suficiente para contrarrestar la dilatación que provoca la fase líquida ( $\Delta_2 < \Delta_1$ ), y es por ello que todos ellos experimentan una dilatación global, siendo ésta mayor cuanto mayor es el contenido en carbono del acero. En lo referido a aquellos aceros sinterizados a una temperatura de 1200 °C, la contracción en la etapa isoterma contrarresta, en general, la dilatación provocada por la fase líquida ( $\Delta_2 > \Delta_1$ ), por lo que estos aceros experimentan una variación dimensional prácticamente nula.

Se puede concluir que la menor variación dimensional se corresponde con un contenido menor en carbono y en molibdeno, y una temperatura de sinterización mayor, lo que indica que a 1200 °C se optimizan los efectos de difusión y crecimiento de grano.

### 4.3.2 Ensayos Metalográficos

El estudio microestructural se realiza una vez que las probetas, las cuales van a ser sometidas a ensayo, están totalmente preparadas tras realizarles los pertinentes ensayos metalográficos y el correspondiente ataque químico, tal y como se detalla en el “Capítulo 3, apartado 3.5.2.” del presente proyecto.

#### 4.3.2.1. Estudio microestructural

En el estudio de un material es de vital importancia el análisis microestructural que se haga de éste para, así, poder comprender y explicar las propiedades y el comportamiento del mismo. Sin embargo, y antes de realizar un estudio exhaustivo de las estructuras obtenidas en cada uno de los materiales ensayados, resulta de gran ayuda saber cuál es el proceso de formación de dichos materiales y qué estructuras se obtendrán en el mismo.

En este caso, el proceso de formación de aceros Fe-P-Mo-C sinterizados a una temperatura de 1100 °C y/o 1200 °C se puede explicar, de forma general, a partir de la evolución microestructural que sufren estos aceros durante el proceso de sinterización de los mismos, detallándose ésta en la Figura 28.

## Resultados y Análisis

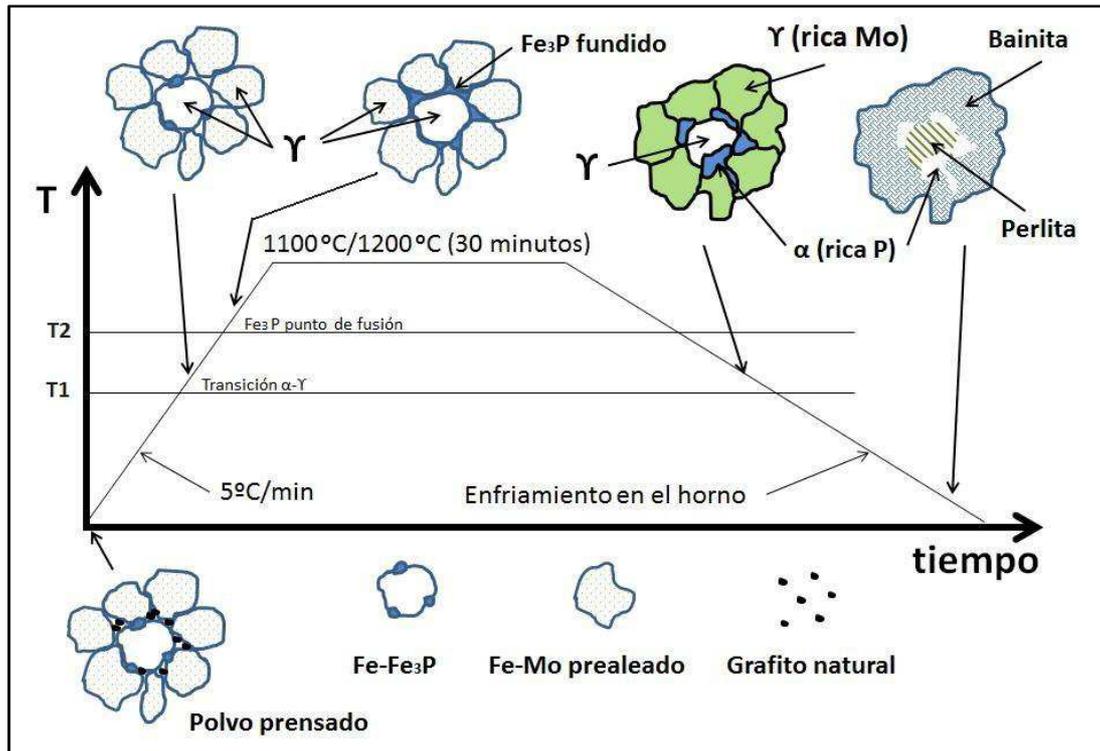


Figura 28. Evolución microestructural de un acero Fe-P-Mo-C sinterizado a una temperatura de 1100 °C/1200 °C durante 30 minutos en atmósfera controlada 90% N<sub>2</sub> - 10% H<sub>2</sub> - 0,1% CH<sub>4</sub>.

En este caso, todos los aceros sometidos a estudio son una mezcla de tres materiales: grafito natural, polvo Astaloy Mo (1,5% de Mo) y polvo PASC60 (0,6% de P). Se deduce, por tanto, que el molibdeno y el fósforo actuarán como elementos aleantes en el acero, siendo éstos elementos alfégenos, es decir, estabilizadores de hierro  $\alpha$ .

Los dos polvos empleados para fabricar los distintos tipos de aceros presentan características diferentes. Por una parte, el Astaloy Mo es un polvo prealeado con un 1,5% de Mo en el que éste se encuentra disperso de forma homogénea por todo el grano del polvo y, por otra parte, el PASC60 es un polvo formado por partículas de Fe y partículas finamente divididas de ferrofósforo (Fe<sub>3</sub>P) adheridas a la superficie de las anteriores.

Antes de comenzar el proceso de sinterización, se procede al mezclado y prensado de los materiales obteniendo un compacto en verde formado, por ejemplo, por partículas de Fe-Mo prealeado que rodean a las partículas de Fe-Fe<sub>3</sub>P. Teniendo en cuenta que durante el prensado únicamente se consigue una unión física entre materiales, se generarán huecos entre partículas en los que se situarán las propias partículas de grafito natural.

## Resultados y Análisis

---

Obtenido el compacto en verde, se somete éste al proceso de sinterización que está compuesto por tres etapas fundamentales: calentamiento del compacto hasta la temperatura de sinterización a una velocidad de 5 °C/min, sinterización propiamente dicha del mismo a una determinada temperatura durante 30 minutos, y enfriamiento del compacto en el horno.

Como se observa en la figura anterior, durante el calentamiento tienen lugar dos hechos reseñables. El primero de ellos es que, a la temperatura T1 (entre 720-750 °C), comienza la transición  $\alpha$ - $\gamma$  y se produce, por tanto, la austenización del hierro. Además, e inmediatamente después de esta transición de fase, el carbono introducido en forma de grafito difunde completamente en dicha matriz de hierro.

Posteriormente, y conforme aumenta la temperatura del proceso, tiene lugar un segundo hecho de especial importancia. Al alcanzar el material la temperatura T2 (aproximadamente 1050 °C), se produce la fusión de las partículas de ferrofósforo ( $\text{Fe}_3\text{P}$ ), difundiéndose y formándose una fase líquida transitoria que se redistribuye y ocupa los huecos existentes entre las diferentes partículas, y cuya consecuencia típica será la aparición de porosidad secundaria en el material.

Una vez alcanzada la temperatura de sinterización, en este caso, 1100 °C ó 1200 °C, se mantiene el compacto a dicha temperatura durante 30 minutos, tiempo durante el cual parte del molibdeno también puede difundir desde las primitivas partículas de polvo prealeado hacia las partículas de hierro. Al final de este proceso, se tendrán áreas de austenita con un contenido en molibdeno próximo al valor del polvo prealeado, y otras áreas de austenita con algo de molibdeno y rodeadas de zonas ricas en fósforo.

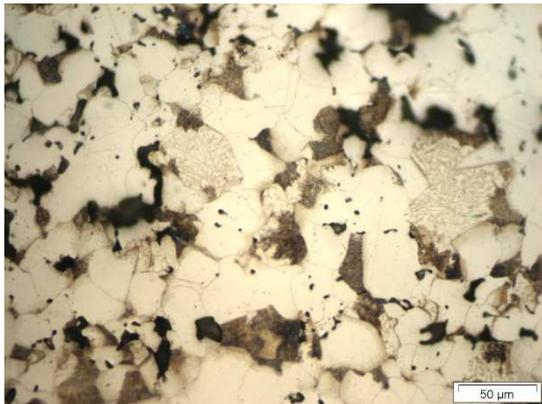
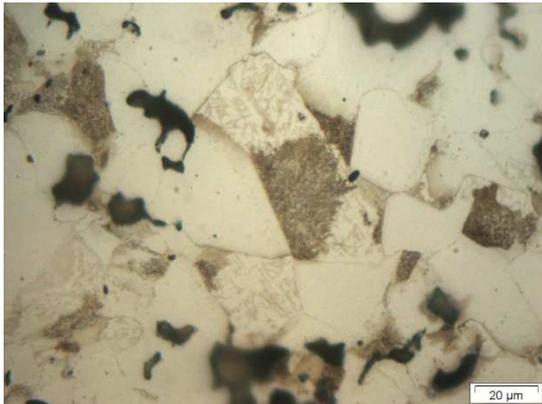
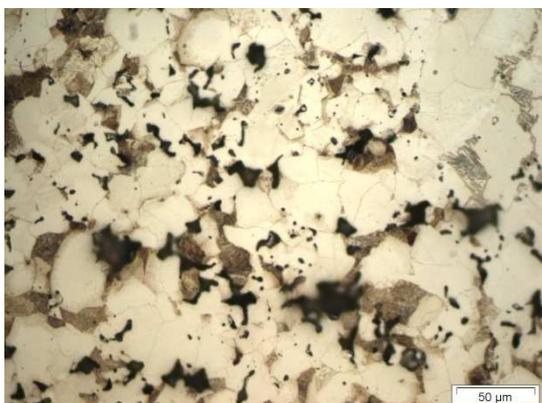
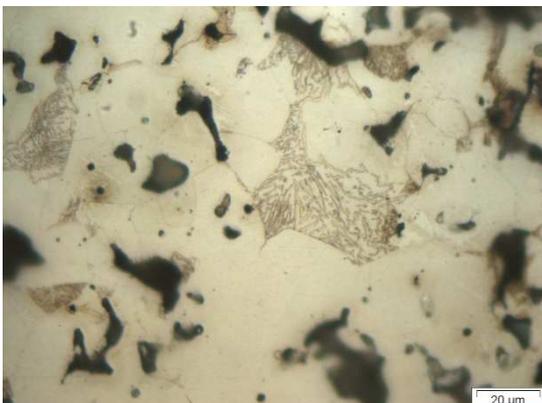
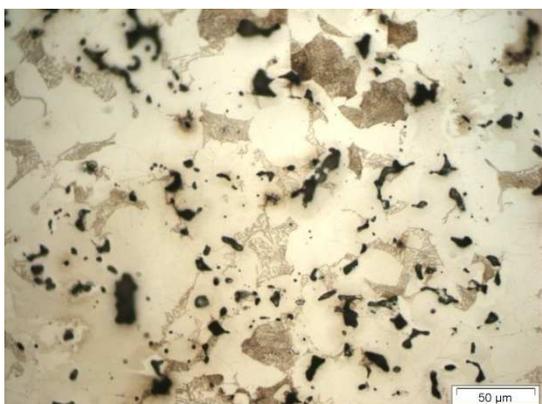
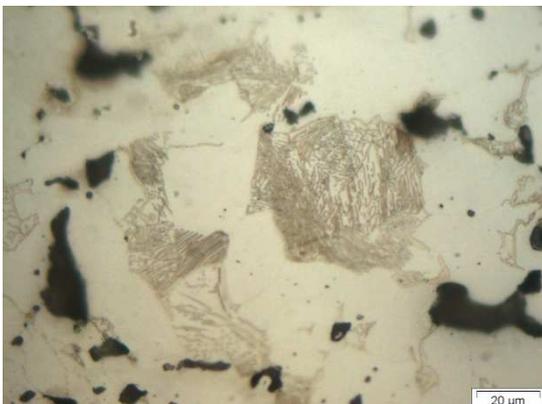
Durante el enfriamiento, la austenita más rica en molibdeno se transforma en bainita (superior) y la austenita con algo de molibdeno y, sobre todo, fósforo, se transforma en una mezcla de ferrita y perlita. Al final del enfriamiento se habrá obtenido, en función de la composición de partida, una microestructura compleja, pero muy interesante desde el punto de vista de sus propiedades, formada por áreas bainíticas, ferrita y perlita.

Se puede considerar que ha habido una sinterización muy activada a causa de dos fenómenos. Por un lado, la sinterización con fase líquida transitoria, y por otro lado, la estabilización de la ferrita a alta temperatura en las zonas ricas en fósforo, ya que la autodifusión del hierro en ferrita es muy superior a la autodifusión de éste en la austenita.

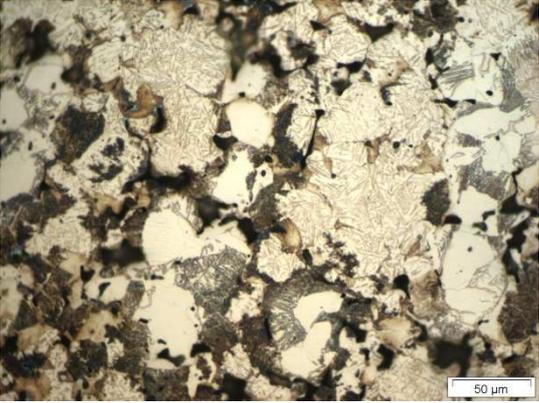
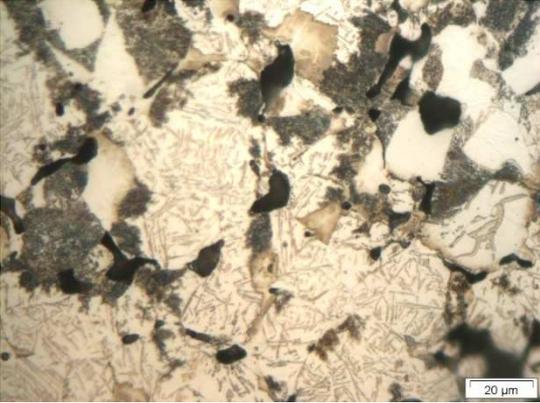
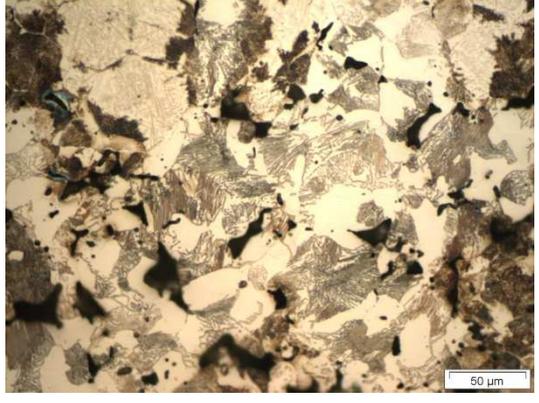
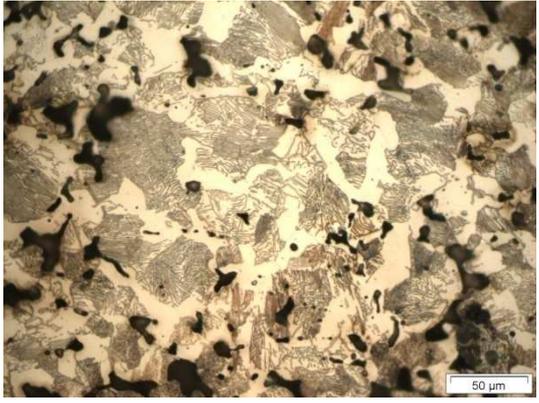
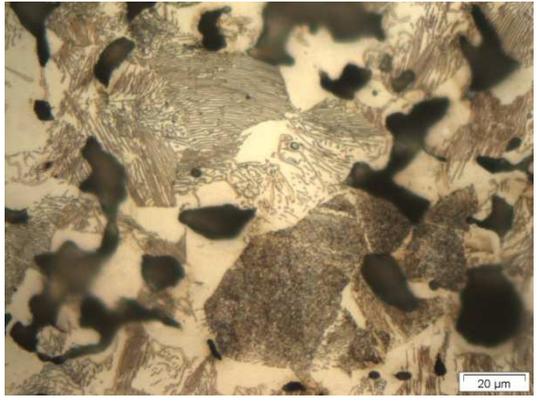
## Resultados y Análisis

En base a este análisis, sustentado en la Figura 28, se pueden entender mucho mejor las microestructuras obtenidas en este estudio microestructural.

A continuación, se muestran las microfotografías obtenidas mediante microscopía óptica de cada uno de los aceros sinterizados a la temperatura de 1100 °C:

<b>A1</b>	<b>ACERO Fe - 0,3%C - 0,15%P / 1,12%Mo</b>	<b>B1</b>
		
<b>C1</b>	<b>ACERO Fe - 0,3%C - 0,30%P / 0,75%Mo</b>	<b>D1</b>
		
<b>E1</b>	<b>ACERO Fe - 0,3%C - 0,45%P / 0,37%Mo</b>	<b>F1</b>
		

## Resultados y Análisis

<b>G1</b>	<b>ACERO Fe - 0,8%C - 0,15%P / 1,12%Mo</b>	<b>H1</b>
		
<b>I1</b>	<b>ACERO Fe - 0,8%C - 0,30%P / 0,75%Mo</b>	<b>J1</b>
		
<b>K1</b>	<b>ACERO Fe - 0,8%C - 0,45%P / 0,37%Mo</b>	<b>L1</b>
		

*Figura 29. Micrografías de aceros Fe-P-Mo-C sinterizados en atmósfera 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>-0,1%CH<sub>4</sub> a una temperatura de 1100 °C.100 X (izquierda), 50 X (derecha). Ataque Nital 2.*

Una vez realizado el estudio microestructural mediante microscopía óptica, se realizó un segundo estudio mediante microscopía electrónica de barrido para corroborar los resultados obtenidos. A continuación, se muestran varias micrografías de detalle de los aceros estudiados, obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido:

## Resultados y Análisis

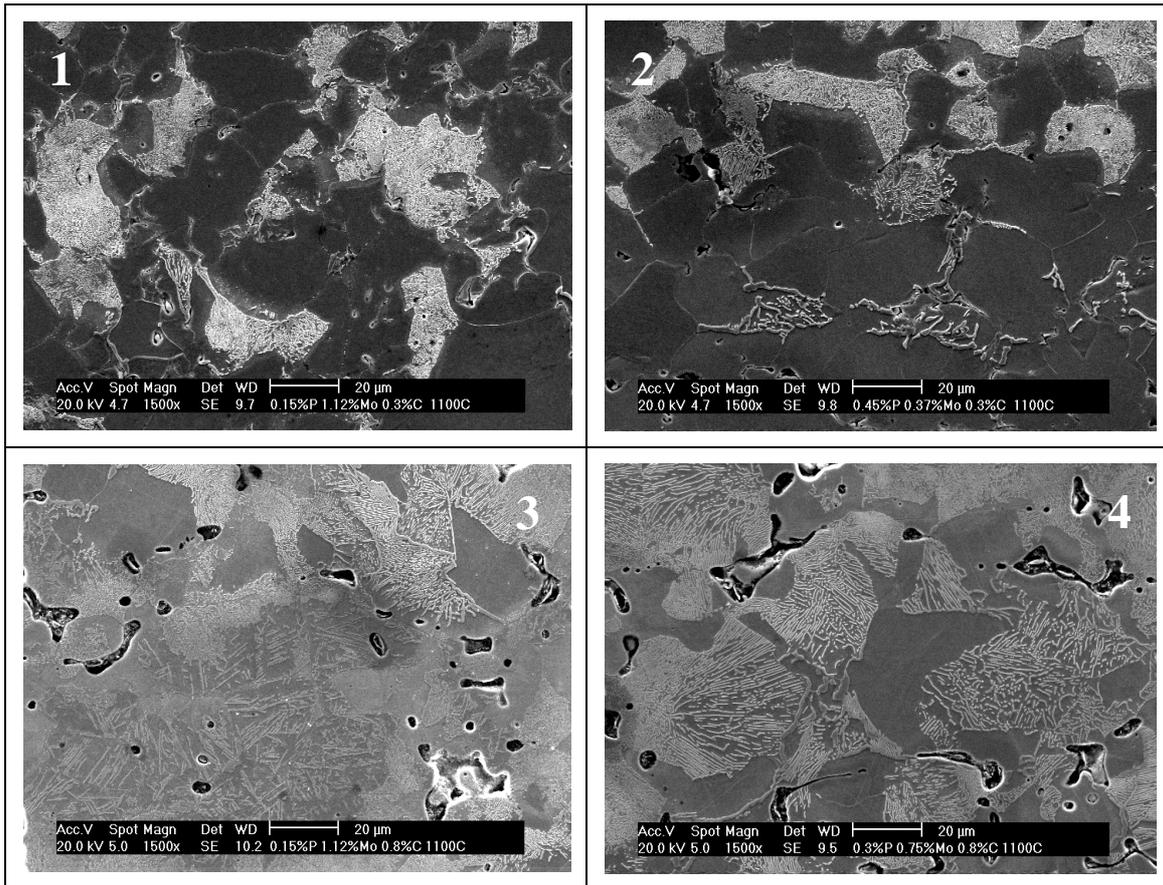
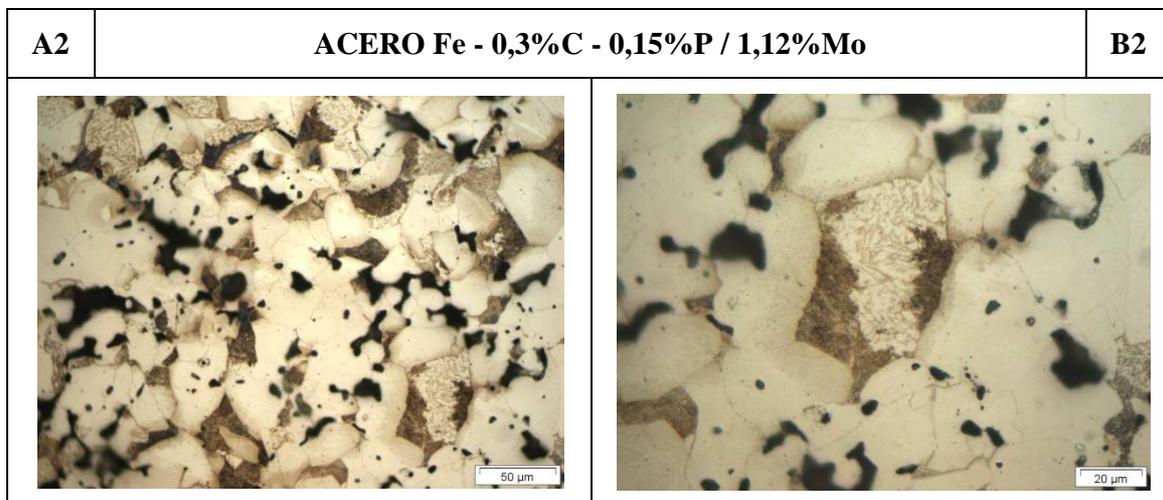


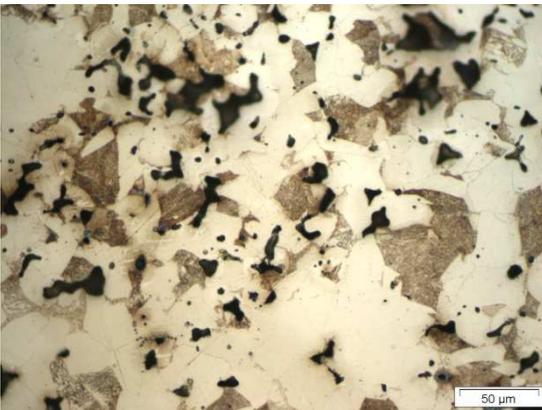
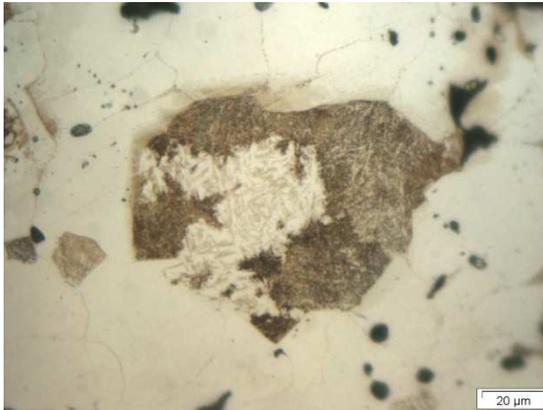
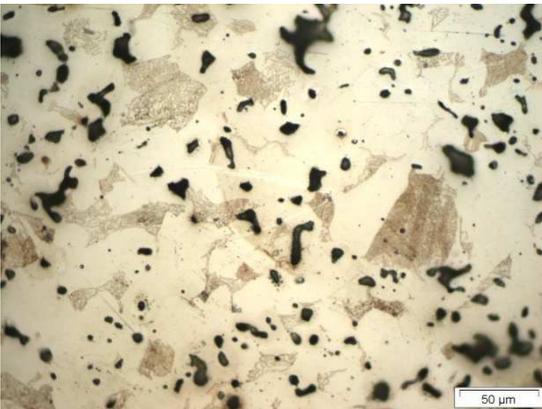
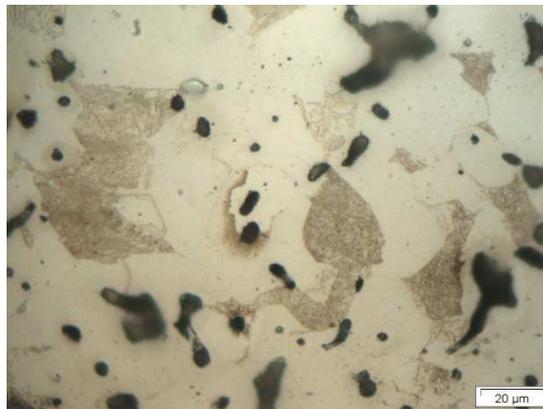
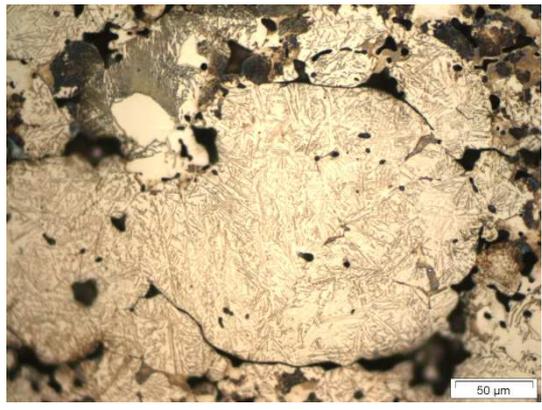
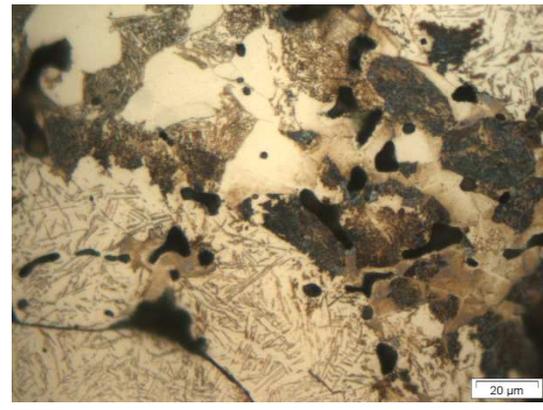
Figura 30. Micrografías de aceros Fe-P-Mo-C sinterizados a una temperatura de 1100 °C.

- 1) Acero Fe-0,3%C-0,15%P-1,12%Mo, 2) Acero Fe-0,3%C-0,45%P-0,37%Mo,  
 3) Acero Fe-0,8%C-0,15%P-1,12%Mo, 4) Acero Fe-0,8%C-0,30%P-0,75%Mo.

A continuación, se muestran las micrografías obtenidas mediante microscopía óptica de cada uno de los aceros sinterizados a la temperatura de 1200 °C:



## Resultados y Análisis

C2	ACERO Fe - 0,3%C - 0,30%P / 0,75%Mo	D2
 <p>Micrograph showing the microstructure of ACERO Fe - 0,3%C - 0,30%P / 0,75%Mo at a 50 μm scale. The image displays a complex microstructure with light-colored matrix, dark spots, and larger brownish regions.</p>		 <p>Micrograph showing the microstructure of ACERO Fe - 0,3%C - 0,30%P / 0,75%Mo at a 20 μm scale. The image displays a complex microstructure with light-colored matrix, dark spots, and larger brownish regions.</p>
E2	ACERO Fe - 0,3%C - 0,45%P / 0,37%Mo	F2
 <p>Micrograph showing the microstructure of ACERO Fe - 0,3%C - 0,45%P / 0,37%Mo at a 50 μm scale. The image displays a complex microstructure with light-colored matrix, dark spots, and larger brownish regions.</p>		 <p>Micrograph showing the microstructure of ACERO Fe - 0,3%C - 0,45%P / 0,37%Mo at a 20 μm scale. The image displays a complex microstructure with light-colored matrix, dark spots, and larger brownish regions.</p>
G2	ACERO Fe - 0,8%C - 0,15%P / 1,12%Mo	H2
 <p>Micrograph showing the microstructure of ACERO Fe - 0,8%C - 0,15%P / 1,12%Mo at a 50 μm scale. The image displays a complex microstructure with light-colored matrix, dark spots, and larger brownish regions.</p>		 <p>Micrograph showing the microstructure of ACERO Fe - 0,8%C - 0,15%P / 1,12%Mo at a 20 μm scale. The image displays a complex microstructure with light-colored matrix, dark spots, and larger brownish regions.</p>

## Resultados y Análisis

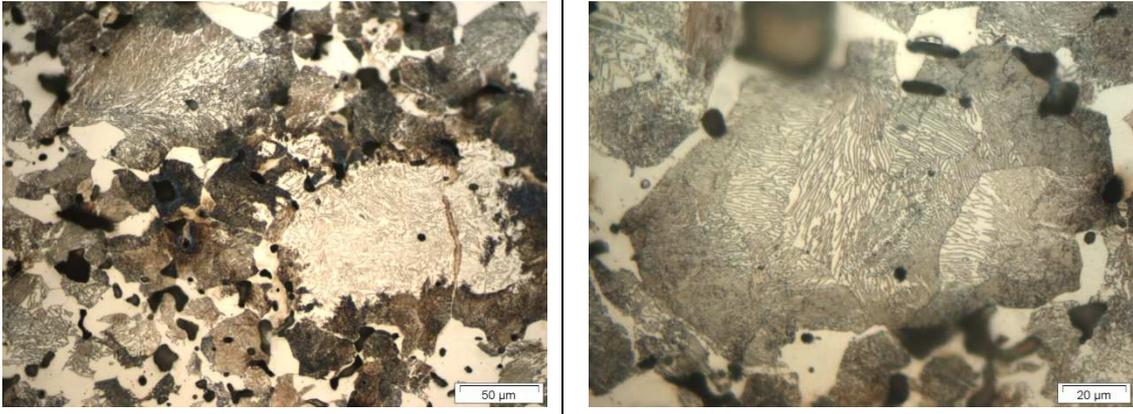
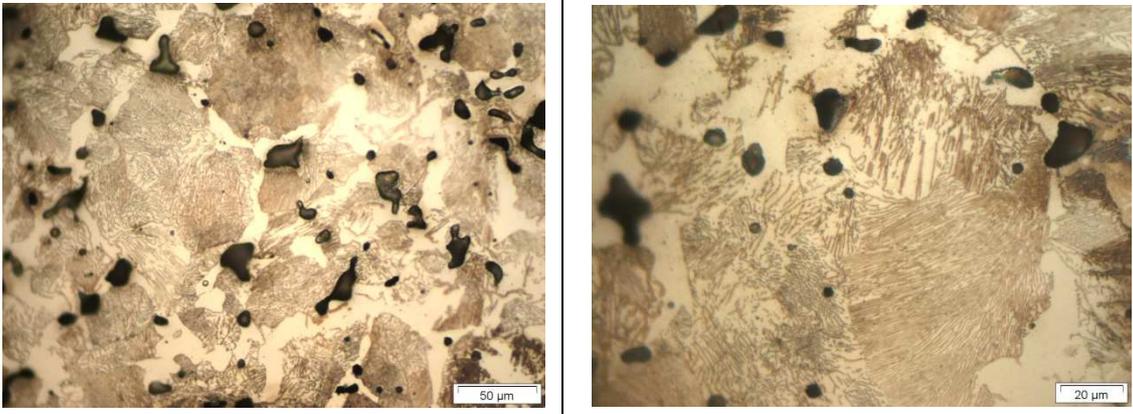
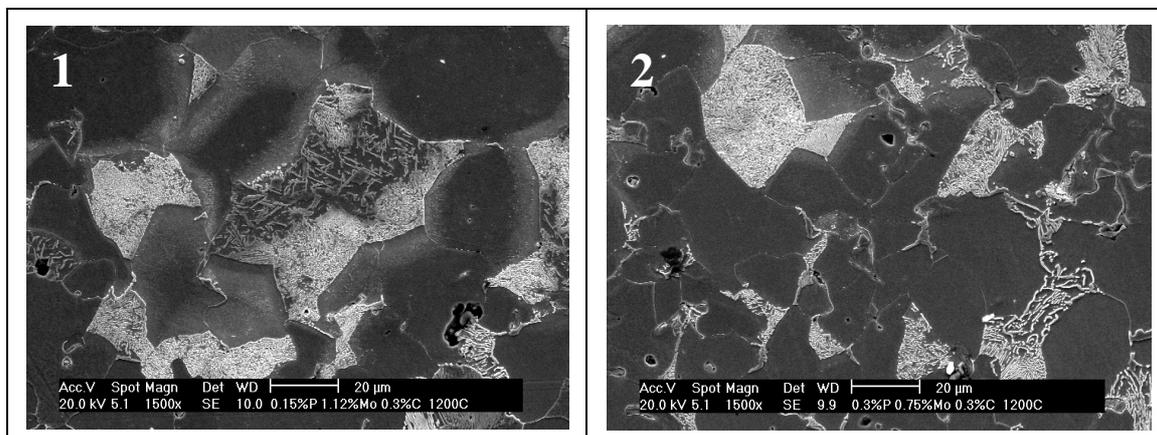
<b>I2</b>	<b>ACERO Fe - 0,8%C - 0,30%P / 0,75%Mo</b>	<b>J2</b>
		
<b>K2</b>	<b>ACERO Fe - 0,8%C - 0,45%P / 0,37%Mo</b>	<b>L2</b>
		

Figura 31. Micrografías de aceros Fe-P-Mo-C sinterizados en atmósfera 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>-0,1%CH<sub>4</sub> a una temperatura de 1200 °C. 100 X (izquierda), 50 X (derecha). Ataque Nital 2.

Al igual que en el caso de los aceros sinterizados a 1100 °C, también se ha realizado un segundo estudio microestructural mediante microscopía electrónica de barrido para corroborar los resultados obtenidos. A continuación, se muestran varias micrografías de detalle de los aceros estudiados, obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido:



## Resultados y Análisis

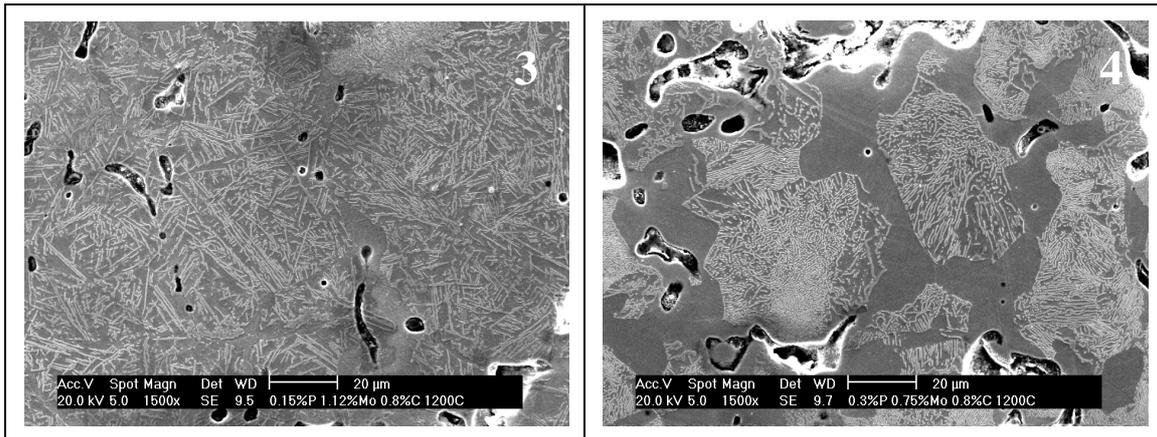


Figura 32. Micrografías de aceros Fe-P-Mo-C sinterizados a una temperatura de 1200 °C.

- 1) Acero Fe-0,3%C-0,15%P-1,12%Mo,
- 2) Acero Fe-0,3%C-0,30%P-0,75%Mo,
- 3) Acero Fe-0,8%C-0,15%P-1,12%Mo,
- 4) Acero Fe-0,8%C-0,30%P-0,75%Mo.

Seguidamente, y tras un estudio microestructural exhaustivo, se analizan los resultados obtenidos en las micrografías realizadas, tanto por microscopía óptica como por microscopía electrónica de barrido, para todos y cada uno de los aceros:

### **1. Acero Fe - 0,3% C - 0,15% P - 1,12% Mo**

Las micrografías presentan una estructura de perlita fina en una matriz ferrítica con zonas bainíticas aisladas, siendo éstas más numerosas en el acero sinterizado a una temperatura de 1200 °C que en aquél sinterizado a 1100 °C. Además, para ambas temperaturas, las zonas bainíticas aparecen rodeadas de perlita fina, hecho que se explica debido a la superposición de las curvas perlítica y bainítica del acero.

Destacar la presencia de zonas sombreadas (color marrón) en el contorno de los diferentes granos, lo que indica que éstas son zonas ricas en Mo por su alta concentración en este acero (1,12% de Mo frente al 0,15% de P).

### **2. Acero Fe - 0,3% C - 0,30% P - 0,75% Mo**

En este acero aparecen principalmente estructuras perlíticas en una matriz ferrítica con pequeñas zonas bainíticas aisladas. Estas últimas son menos numerosas que en el acero anterior porque el contenido en Mo, elemento aleante que da lugar a estas estructuras, es aproximadamente un 33% menor. Además, al igual que en el acero anterior, las pequeñas

## Resultados y Análisis

---

zonas bainíticas aparecen rodeadas de perlita fina y también se puede observar la presencia de zonas sombreadas (color marrón) en el contorno de los diferentes granos (ver Figura 29 (C1-D1), y Figura 31 (C2-D2)).

Como se observa en las distintas micrografías, predominan las estructuras perlíticas en matriz ferrítica debido a un mayor contenido en fósforo con respecto al acero anterior. Se ha de tener en cuenta que, como las curvas TTT del acero están superpuestas unas con otras, durante la etapa de enfriamiento del proceso de sinterización no se forma únicamente ferrita, sino que también se forma perlita (ver explicación sobre evolución microestructural de estos aceros).

Destacar también la presencia de dos tipos de estructuras perlíticas: una perlita muy fina, que está presente en la mayor parte de la estructura del acero, y una perlita laminar muy gruesa, presente de forma aislada.

### **3. Acero Fe - 0,3% C - 0,45% P - 0,37% Mo**

Las micrografías realizadas (Figura 29 (E1-F1) y Figura 31 (E2-F2)) muestran únicamente estructuras perlíticas en una matriz ferrítica sin la presencia de estructuras bainíticas. Este hecho se explica debido a una importante disminución del contenido en molibdeno, elemento formador de estructuras bainíticas, en relación con los aceros anteriores (aproximadamente un 67% inferior con respecto al primer acero), y a un aumento del contenido en fósforo, elemento formador de estructuras perlíticas, llegando a ser el principal elemento aleante.

Las diferencias entre el acero sinterizado a una temperatura de 1100 °C ó a 1200 °C son prácticamente inexistentes y, en ambos casos, aparecen dos tipos de estructuras perlíticas. En las micrografías se observan tanto estructuras de perlita fina como estructuras de perlita laminar con distintas separaciones entre las láminas de cementita. El espaciado entre éstas depende de la temperatura a la que se produce la transformación. Así, si los núcleos de cementita y ferrita se forman (simultáneamente) a altas temperaturas, el espaciado entre láminas será mucho mayor que si la formación de éstos se produce a temperaturas más bajas, debido a que la velocidad de nucleación es mayor cuanto menor es la temperatura a la que se produce la transformación [25].

## Resultados y Análisis

---

Además, cabe destacar la presencia de pequeñas “culebrillas” de cementita en los bordes de grano de la ferrita (ver Figura 29-F1).

### **4. Acero Fe - 0,8% C - 0,15% P - 1,12% Mo**

Este acero presenta una mezcla de constituyentes en su estructura formada principalmente por estructuras perlíticas y bainíticas. En este caso, al tener un contenido de carbono más significativo que en los tres aceros anteriores (un 0,8% teórico frente a un 0,3%), la cantidad de perlita y bainita formada durante la etapa de enfriamiento del proceso de sinterización es mucho mayor, al igual que se reduce la cantidad de ferrita presente en la estructura.

Con respecto a la temperatura de sinterización, se observan pocas diferencias entre un acero sinterizado a una temperatura de 1100 °C y otro sinterizado a 1200 °C, destacando únicamente que a esta última temperatura se mejora el proceso ya que aumenta la difusión de los elementos aleantes (fósforo y molibdeno) en las partículas de hierro.

Las micrografías (G1-2, H1-2) presentan grandes zonas bainíticas, formadas a partir del polvo prealeado Astaloy Mo, rodeadas de zonas perlíticas en matriz ferrítica, apareciendo dicha perlita en forma de perlita muy fina y de perlita laminar con diferentes espaciados, formada tanto a partir del polvo Astaloy Mo como del polvo PASC60.

### **5. Acero Fe - 0,8% C - 0,30% P - 0,75% Mo**

En todas las micrografías correspondientes a este acero, se puede apreciar una mezcla de constituyentes formada por diversos tipos de estructuras perlíticas en una matriz ferrítica junto con grandes estructuras bainíticas aisladas. Estas últimas son menos numerosas que en el acero anterior porque el contenido en Mo, elemento aleante que da lugar a estas estructuras, es aproximadamente un 33% menor.

En la estructura de este acero aparecen de forma aislada grandes zonas bainíticas que se encuentran rodeadas de diversos tipos de estructuras perlíticas. Analizando la micrografía ‘J1’ (ver Figura 29), se observan tanto estructuras de perlita muy fina (color marrón oscuro) como estructuras de perlita laminar muy bien definida, en las que se pueden apreciar nítidamente los límites de grano de la antigua austenita.

## Resultados y Análisis

---

Como se ha comentado anteriormente, el espaciado de las láminas de cementita que forman la perlita laminar depende de la temperatura a la que ha comenzado la transformación de la austenita en la etapa de enfriamiento. Cuando dicha transformación se produce a alta temperatura, la velocidad de nucleación es baja y el espaciado entre láminas es mayor que si el proceso se produce a temperaturas más bajas, dando lugar a una perlita laminar mucho más basta [25].

En la micrografía 'J2' (ver Figura 31) se observa claramente la estructura típica que presenta este tipo de aceros, en la que se aprecia una gran zona perlítica en una matriz ferrítica, estructura resultante tras la sinterización de polvo de Fe-P (PASC60), y una gran zona bainítica aislada rodeada de perlita fina, estructura resultante de la sinterización de polvo prealeado Fe-Mo (Astaloy Mo).

### **6. Acero Fe - 0,8% C - 0,45% P - 0,37% Mo**

En las micrografías realizadas, al igual que en aquellas correspondientes al acero Fe-0,3%C-0,45%P-0,37%Mo analizadas anteriormente, también aparecen únicamente estructuras perlíticas en una matriz ferrítica sin la presencia de estructuras bainíticas. Este hecho se explica debido a una importante disminución del contenido en molibdeno, elemento formador de estructuras bainíticas, en relación con los dos aceros anteriores (aproximadamente un 67% inferior con respecto al cuarto acero estudiado). En este caso, se pueden apreciar zonas perlíticas más numerosas y extensas que en el acero Fe-0,3%C-0,45%P-0,37%Mo gracias a la presencia de un mayor contenido en carbono.

Las diferencias entre el acero sinterizado a una temperatura de 1100 °C ó a 1200 °C son prácticamente inexistentes y, en ambos casos, aparecen dos tipos de estructuras perlíticas. En las micrografías (ver Figuras 29-31, K1-2, L1-2) se observan tanto estructuras de perlita fina como estructuras de perlita laminar, con distintas separaciones entre las láminas de cementita, que marcan perfectamente los límites de grano de la antigua austenita.

En general, mencionar que en todas las estructuras de todos y cada uno de los aceros estudiados se han observado una gran cantidad de poros, tanto en las zonas perlítico-ferríticas como en las zonas bainíticas de dichos aceros, predominando aquéllos de tamaño pequeño y formas redondeadas característicos de una porosidad secundaria.

## Resultados y Análisis

---

Estos poros secundarios son una consecuencia típica de la formación de una fase líquida transitoria durante el proceso de sinterización. En los aceros estudiados, la presencia de partículas de ferrofósforo ( $\text{Fe}_3\text{P}$ ) en el acero da lugar a la formación de dicha fase líquida en las etapas iniciales de la sinterización, a partir de  $1050\text{ }^\circ\text{C}$ , y, teniendo en cuenta que el grado de autodifusión del hierro en la ferrita es aproximadamente dos órdenes de magnitud mayor que en la austenita, la velocidad de sinterización es muy alta y esto conduce hacia la formación de dichos poros y a una contracción sustancial de las piezas sinterizadas.

Por otra parte, y aunque se haya trabajado con temperaturas de sinterización de hasta  $1200\text{ }^\circ\text{C}$ , existe la posibilidad de que si durante la sinterización se han llegado a alcanzar temperaturas por encima de los  $1240\text{ }^\circ\text{C}$ , se forme una fase líquida entre los carburos  $\eta\text{-M}_6\text{C}$  y la austenita que rodea a las partículas, lo que provocaría también la formación de poros secundarios en el lugar que ocupaban las partículas de molibdeno.

Con respecto al análisis de las micrografías obtenidas mediante SEM se concluye que, éstas corroboran el análisis realizado anteriormente acerca de la microestructura presente en cada uno de los aceros sinterizados y sometidos a estudio microestructural mediante microscopía óptica. Tan sólo puntualizar que, en las micrografías SEM realizadas a los aceros sinterizados a una temperatura de  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  (ver Figura 30), no aparece ningún tipo de porosidad en las estructuras ya que ésta todavía no se encontraba abierta en el momento de su estudio.

Resumiendo, y una vez analizada la microestructura presente en cada uno de los aceros sometidos a estudio, se puede afirmar que:

1. La estructura general que presentan este tipo de aceros pulvimetalúrgicos, con pequeños contenidos en fósforo y molibdeno como elementos aleantes, es una estructura perlítico-ferrítica junto con estructuras bainíticas, siendo estas últimas mucho más numerosas en la propia estructura cuanto mayor es el contenido de molibdeno en el acero.
2. Al aumentar la temperatura de sinterización se contribuye a que tanto el carbono como los demás elementos difundan mejor en la estructura obteniendo, por tanto, estructuras perlíticas y bainíticas en mayor proporción a la temperatura de  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  que a la temperatura de  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ .

## Resultados y Análisis

### 4.3.3. Ensayos Mecánicos

#### 4.3.3.1. Ensayos de dureza

El procedimiento de ensayo se realiza tal y como se describe en el “Capítulo 3, apartado 3.5.3.1.” del presente proyecto, siendo la expresión utilizada en el cálculo de la dureza Vickers la que se muestra a continuación:

$$HV (30) = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2}$$

donde “P” es la carga aplicada expresada en kilogramos-fuerza ó newton y “d” la media aritmética de las longitudes de las diagonales de cada huella, expresada en milímetros.

A continuación, en la siguiente tabla se muestran los resultados de dureza aparente obtenidos en los ensayos realizados a cada uno de los aceros fabricados:

<b>DUREZA VICKERS HV30</b>				
<b>LOTE</b>	<b>Composición del acero</b>	<b>Temp. Sinterización</b>	<b>Valor medio HV30</b>	<b>Desviación Estándar</b>
<b>1</b>	Fe - 0,3%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	<b>138,8</b>	0,1
		1200 °C	<b>153,3</b>	1,2
<b>2</b>	Fe - 0,3%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	<b>151,0</b>	1,9
		1200 °C	<b>159,2</b>	2,1
<b>3</b>	Fe - 0,3%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	<b>163,3</b>	1,1
		1200 °C	<b>177,3</b>	4,7
<b>4</b>	Fe - 0,8%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	<b>239,3</b>	2,1
		1200 °C	<b>250,7</b>	4,3
<b>5</b>	Fe - 0,8%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	<b>220,4</b>	1,4
		1200 °C	<b>238,0</b>	1,5
<b>6</b>	Fe - 0,8%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	<b>217,4</b>	1,4
		1200 °C	<b>232,7</b>	1,4

Tabla VI. Dureza Vickers HV30 de cada uno de los aceros estudiados.

## Resultados y Análisis

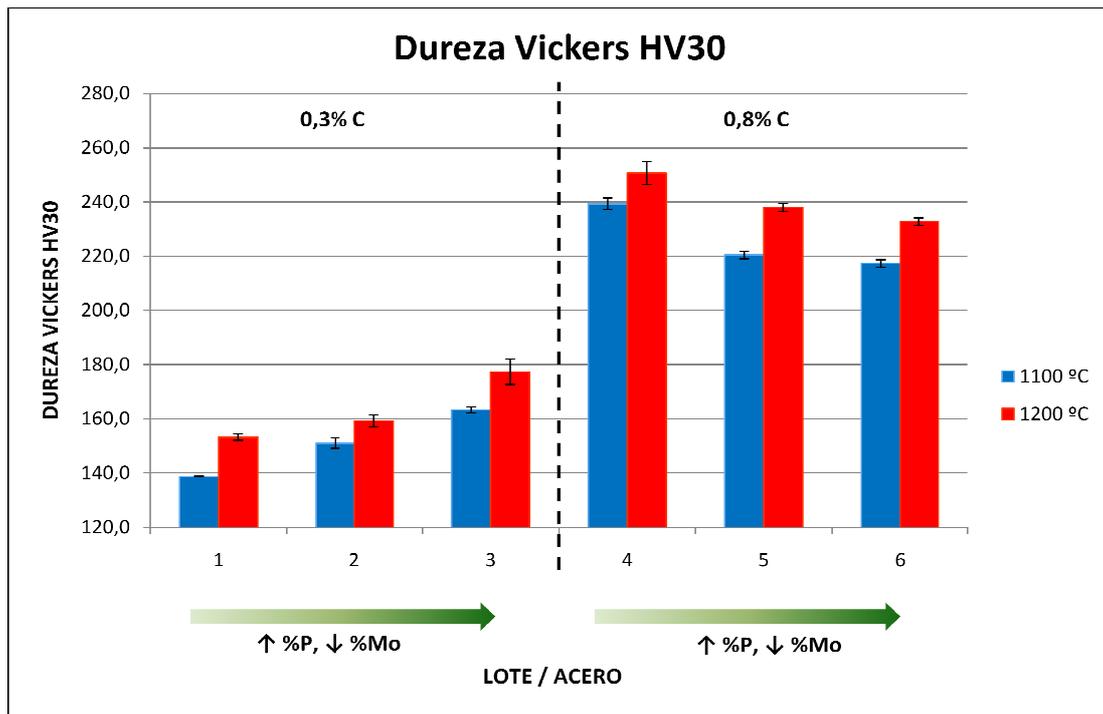


Figura 33. Comparativa de la dureza Vickers HV30 de cada uno de los aceros estudiados.

Analizando los resultados obtenidos, se observa cómo los menores valores de dureza se corresponden con aquellos aceros cuyo contenido en carbono es del 0,3%, obteniendo en todos los casos valores inferiores a 180 HV30, mientras que los mayores valores de dureza se dan en los aceros con un contenido en carbono del 0,8%, en los que se llegan a conseguir valores máximos de dureza entre 220 y 250 HV30.

Además, según los ensayos realizados se obtienen, como norma general, mayores valores de dureza en aquellos aceros sinterizados a una temperatura de 1200 °C frente a aquéllos que han sido sinterizados a 1100 °C. Este hecho se debe a que al aumentar la temperatura a la que se realiza el proceso de sinterización, la formación de cuellos de unión entre partículas es mayor y aumenta la difusión de los elementos aleantes dentro de la estructura, consiguiendo mejorar de manera global el proceso.

Otra conclusión importante que se puede obtener del ensayo de dureza Vickers es que dentro de los aceros sinterizados con un contenido en carbono teórico del 0,3%, presentan mayor dureza aquéllos con un mayor contenido en fósforo y menor en molibdeno, mientras que en los aceros sinterizados con un contenido en carbono teórico del 0,8%, los resultados obtenidos son al contrario de los anteriores, presentando una mayor dureza aquéllos con un menor contenido en fósforo y mayor en molibdeno. Este hecho se explica a

partir de la microestructura obtenida en dichos aceros y que ha sido analizada en el apartado “4.3.2.1. Estudio Microestructural” del presente proyecto.

Según el análisis microestructural realizado, dentro de los aceros con un contenido del 0,3% C, aquél con mayor contenido en molibdeno (acero 1) presenta pequeñas zonas bainíticas aisladas que podrían dar lugar a una mayor dureza pero, en realidad, estas zonas son muy poco numerosas en la estructura. Por el contrario, el acero con menor contenido en molibdeno pero mayor contenido en fósforo (acero 3), no presenta zonas bainíticas pero sí una mayor proporción de zonas perlíticas en matriz ferrítica que el acero 1, lo que se traduce en valores de durezas mayores.

Por otra parte, dentro de los aceros con un contenido del 0,8% C, aquél con mayor contenido en molibdeno (acero 4) presenta en su estructura una mezcla de constituyentes formada por estructuras perlíticas en matriz ferrítica junto con numerosas estructuras bainíticas, proporcionando estas últimas los máximos valores de dureza obtenidos en estos aceros. Sin embargo, el acero con menor contenido en molibdeno pero mayor contenido en fósforo (acero 6), únicamente presenta estructuras perlíticas en una matriz ferrítica y, teniendo en cuenta que la perlita como constituyente es menos dura que la bainita, se obtienen, por ello, los mínimos valores de dureza en este acero con respecto a aquéllos que también tienen un contenido teórico de carbono del 0,8%.

### ***4.3.3.2. Ensayos de tracción***

En el ensayo de tracción de un material se pueden determinar diversas propiedades mecánicas del mismo como, por ejemplo, el módulo de elasticidad, el límite elástico, el límite de fluencia, la resistencia a tracción, la estricción y/o el alargamiento a rotura, entre otros. En este proyecto, los ensayos realizados se han centrado en tres de estas propiedades: la resistencia a tracción, el límite elástico y el alargamiento a rotura.

El procedimiento de ensayo se realiza tal y como se describe en el “Capítulo 3, apartado 3.5.3.2.” del presente proyecto y, a continuación, se muestran los valores medios obtenidos de resistencia a tracción, límite elástico (al 0,2%) y alargamiento a rotura de cada uno de los aceros sometidos a estudio, siendo éstos:

## Resultados y Análisis

### ➤ Resistencia a tracción

ENSAYOS DE TRACCIÓN				
LOTE	Composición del acero	Temp. Sinterización	R. Tracción (MPa)	Desviación Estándar
<b>1</b>	Fe - 0,3%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	<b>360,16</b>	23,31
		1200 °C	<b>379,26</b>	9,11
<b>2</b>	Fe - 0,3%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	<b>356,09</b>	30,15
		1200 °C	<b>403,82</b>	8,80
<b>3</b>	Fe - 0,3%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	<b>411,42</b>	10,59
		1200 °C	<b>482,68</b>	13,45
<b>4</b>	Fe - 0,8%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	<b>573,32</b>	11,03
		1200 °C	<b>632,77</b>	30,67
<b>5</b>	Fe - 0,8%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	<b>516,92</b>	25,73
		1200 °C	<b>578,17</b>	16,10
<b>6</b>	Fe - 0,8%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	<b>523,16</b>	14,25
		1200 °C	<b>587,11</b>	15,75

Tabla VII. Valores de resistencia a tracción de cada uno de los aceros estudiados.

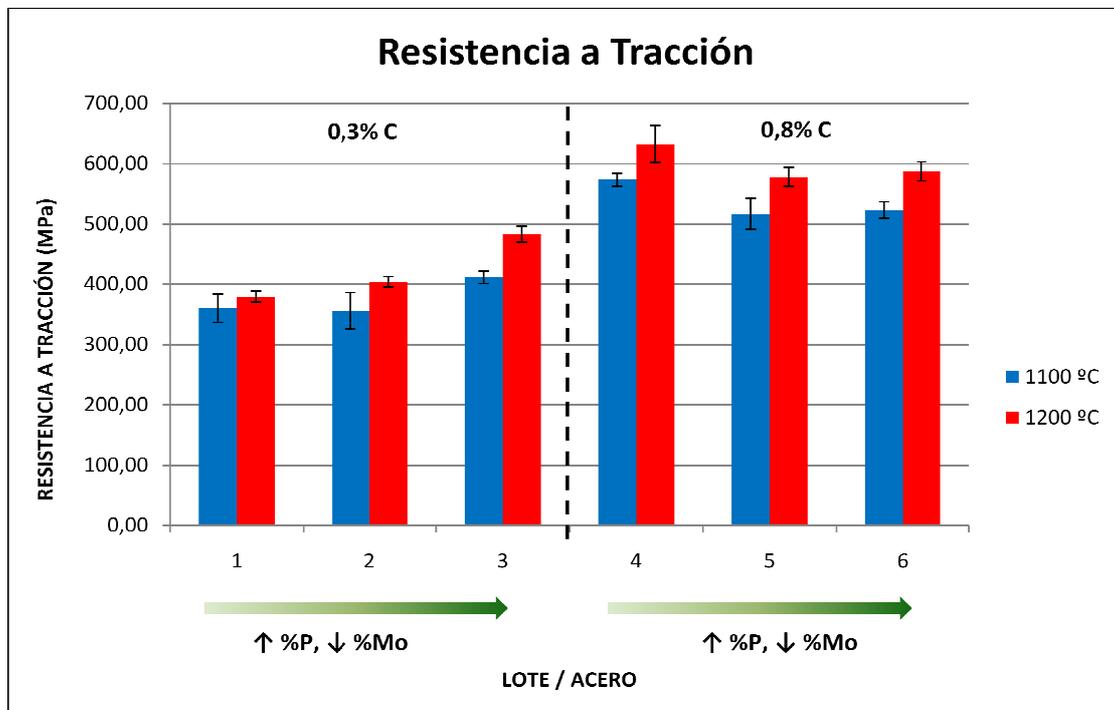


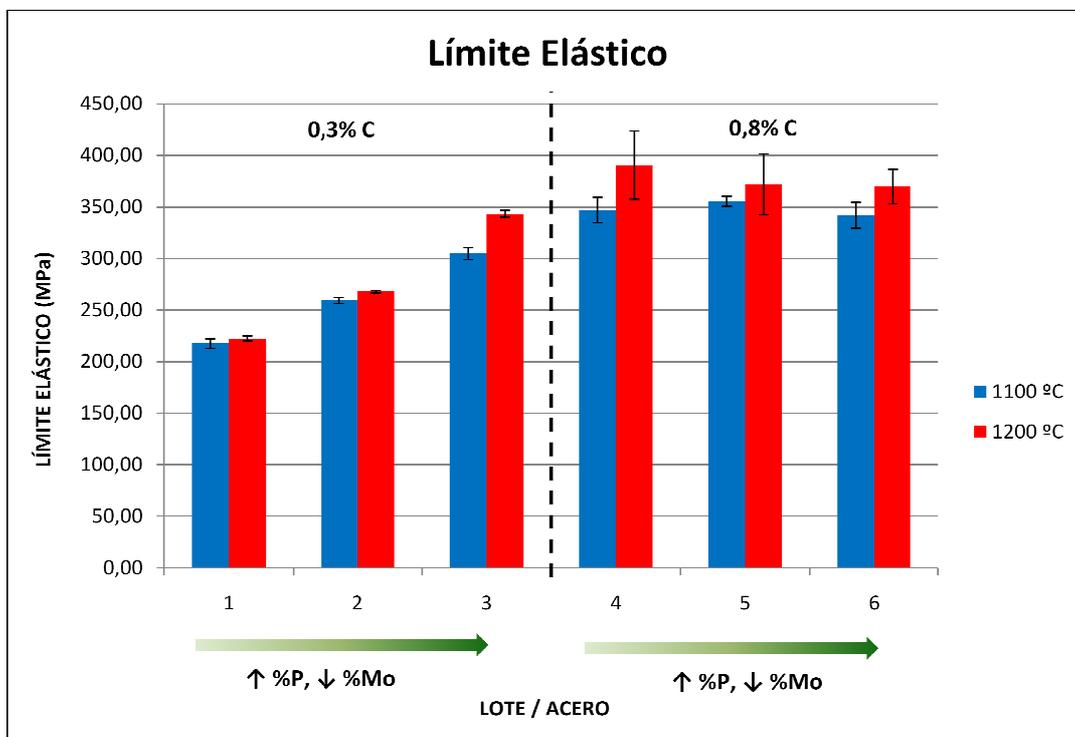
Figura 34. Comparativa de la resistencia a tracción de cada uno de los aceros estudiados.

## Resultados y Análisis

### ➤ Límite elástico (al 0,2%)

ENSAYOS DE TRACCIÓN				
LOTE	Composición del acero	Temp. Sinterización	L. Elástico (MPa)	Desviación Estándar
<b>1</b>	Fe - 0,3%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	<b>217,67</b>	4,59
		1200 °C	<b>222,46</b>	2,52
<b>2</b>	Fe - 0,3%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	<b>259,29</b>	2,89
		1200 °C	<b>267,78</b>	1,15
<b>3</b>	Fe - 0,3%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	<b>304,82</b>	5,69
		1200 °C	<b>343,29</b>	3,60
<b>4</b>	Fe - 0,8%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	<b>346,87</b>	12,17
		1200 °C	<b>390,60</b>	32,98
<b>5</b>	Fe - 0,8%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	<b>355,31</b>	5,06
		1200 °C	<b>371,80</b>	29,55
<b>6</b>	Fe - 0,8%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	<b>341,68</b>	12,83
		1200 °C	<b>369,78</b>	16,52

*Tabla VIII. Valores de límite elástico de cada uno de los aceros estudiados.*



*Figura 35. Comparativa del límite elástico de cada uno de los aceros estudiados.*

## Resultados y Análisis

---

Analizando los resultados obtenidos, se observa un comportamiento similar de los aceros con respecto a la resistencia a tracción y al límite elástico de los mismos y, además, este comportamiento concuerda con los resultados de dureza obtenidos, corroborando la relación directa que existe entre las tres propiedades mecánicas.

En todos los casos, aquellos aceros cuyo contenido teórico de carbono es del 0,8%, presentan valores tanto de resistencia a tracción como de límite elástico superiores a los aceros con un contenido teórico de carbono del 0,3%, y este hecho se debe a que al aumentar el contenido en carbono se produce un aumento de la dureza y resistencia de dichos aceros.

Además, según los ensayos realizados se obtienen, como norma general, valores superiores en ambas propiedades en aquellos aceros sinterizados a una temperatura de 1200 °C frente a aquéllos que han sido sinterizados a 1100 °C. Esto se debe a que al aumentar la temperatura a la que se realiza el proceso de sinterización, la formación de cuellos de unión entre partículas es mayor y se facilita y aumenta la difusión de elementos aleantes dentro de la estructura, obteniendo una mejor templabilidad en dichos aceros.

A su vez, del ensayo de tracción se concluye que, dentro de los aceros sinterizados con un contenido en carbono teórico del 0,3%, presenta mayor resistencia a tracción y límite elástico aquél con un mayor contenido en fósforo y menor en molibdeno, mientras que en los aceros sinterizados con un contenido en carbono teórico del 0,8%, los resultados obtenidos son al contrario de los anteriores, presentando una mayor resistencia a tracción y límite elástico aquél con un menor contenido en fósforo y mayor en molibdeno. Este hecho, al igual que en el caso de los resultados de dureza obtenidos, se explica a partir de la microestructura obtenida en dichos aceros y que ha sido analizada en el apartado “4.3.2.1. Estudio Microestructural” del presente proyecto.

Dentro de los aceros con un contenido del 0,3% C, aquéllos con mayor contenido en molibdeno (acero 1 > acero 2) presentan pequeñas zonas bainíticas aisladas que podrían dar lugar a una mayor dureza pero, en realidad, esto no es cierto. Estos aceros son los de menor dureza ya que las zonas bainíticas son muy poco numerosas en la estructura y, al existir una relación directa entre dureza y resistencia, presentarán una menor resistencia a tracción (entre 350 y 400 MPa).

## Resultados y Análisis

Sin embargo, aunque el acero con menor contenido en molibdeno pero mayor contenido en fósforo (acero 3) no presenta zonas bainíticas, sí tiene una mayor proporción de zonas perlíticas en matriz ferrítica que los dos aceros anteriores, lo que se traduce en valores de durezas mayores y, por tanto, mayor resistencia a tracción, de hasta 480 MPa.

Por otra parte, dentro de los aceros con un contenido del 0,8% C, aquél con mayor contenido en molibdeno (acero 4) presenta en su estructura, además de estructuras perlítico-ferríticas presentes también en los aceros con menor contenido en molibdeno pero mayor contenido en fósforo (aceros 5 y 6), numerosas estructuras bainíticas que son las principales causantes de que se obtengan los máximos valores de resistencia a tracción (633 MPa) y límite elástico (390 MPa) en este acero (acero 4).

### ➤ Alargamiento a rotura

ENSAYOS DE TRACCIÓN				
LOTE	Composición del acero	Temp. Sinterización	Alargamiento (%)	Desviación Estándar
1	Fe - 0,3%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	5,51	0,05
		1200 °C	5,61	0,28
2	Fe - 0,3%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	4,77	0,86
		1200 °C	5,55	0,25
3	Fe - 0,3%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	5,60	0,57
		1200 °C	5,87	0,09
4	Fe - 0,8%C - 0,15% P / 1,12% Mo	1100 °C	1,23	0,08
		1200 °C	1,51	0,20
5	Fe - 0,8%C - 0,3% P / 0,75% Mo	1100 °C	2,18	0,17
		1200 °C	2,22	0,31
6	Fe - 0,8%C - 0,45% P / 0,37% Mo	1100 °C	2,38	0,17
		1200 °C	2,93	0,35

Tabla IX. Valores de alargamiento a rotura de cada uno de los aceros estudiados.

## Resultados y Análisis

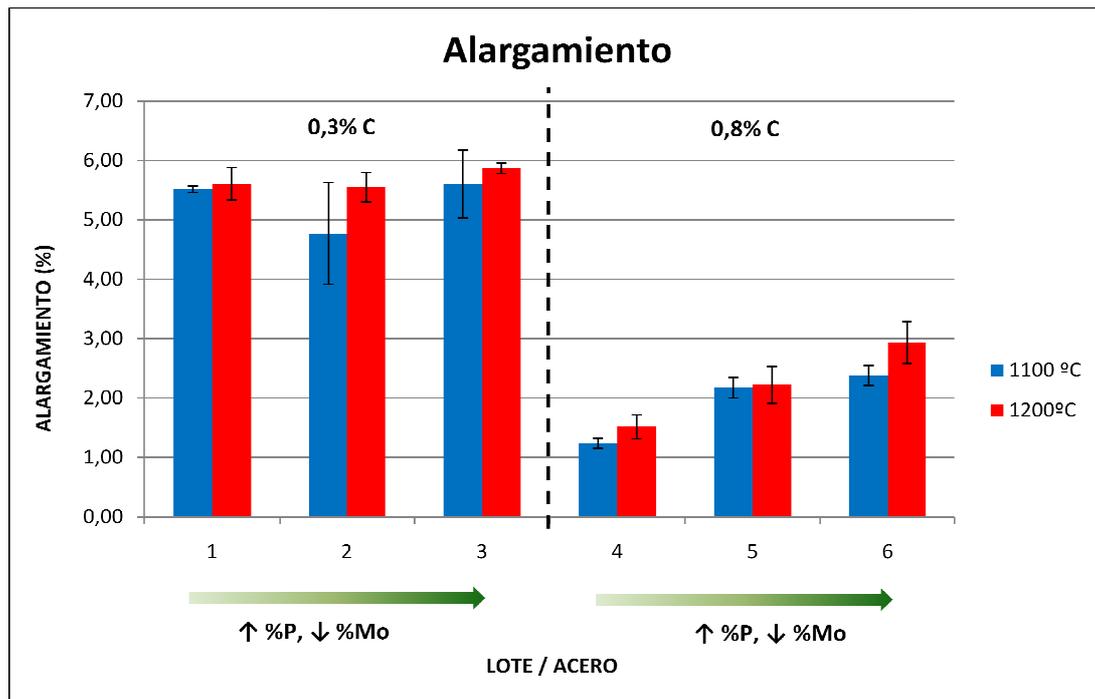


Figura 36. Comparativa del alargamiento a rotura de cada uno de los aceros estudiados.

En relación al alargamiento a rotura ocurre, como era de esperar, todo lo contrario a los resultados obtenidos de resistencia a tracción y límite elástico. En general, al aumentar el contenido de carbono y elementos aleantes en un acero, aumenta la dureza y resistencia a tracción de éste y, como consecuencia, disminuye su ductilidad.

Por ello, los aceros con un menor contenido teórico de carbono (0,3%) y, según los ensayos realizados, una menor dureza y resistencia a tracción, presentan alargamientos mayores y muy similares, variando entre un 5 y un 6%, mientras que los aceros que poseen un mayor contenido teórico de carbono (0,8%) presentan un alargamiento a rotura mucho menor, tanto menor cuanto mayor es la dureza y resistencia a tracción de dicho acero (ver resultados de ensayos anteriores). Así, se podría decir que estos últimos apenas sufren alargamiento ya que éste varía desde el 1,5%, del acero con un 1,12% de Mo, hasta el 2,93%, de aquél con un 0,37% de Mo.

También decir que estos resultados son una consecuencia directa de la estructura que presentan dichos aceros, ya que las estructuras bainíticas (muy presentes en los aceros con mayor contenido en molibdeno, aceros 1 y 4) son más duras y frágiles que las estructuras perlíticas.

## Resultados y Análisis

---

Además, se ha de considerar que en los aceros pulvimetalúrgicos, a diferencia de los aceros convencionales, el alargamiento a rotura no depende únicamente de la aleación, sino que también depende de la densificación y de la porosidad.

La forma en que influye la porosidad depende de la geometría de dichos poros ya que, si éstos son de pequeño tamaño y redondeados, aumentan la ductilidad del material, mientras que si son irregulares, actúan como concentradores de tensiones y fragilizan al mismo. Así, y según los resultados obtenidos de dureza y resistencia a tracción, aquellos aceros sinterizados a una temperatura de 1200 °C deberían presentar alargamientos menores con respecto a aquellos aceros de igual composición y sinterizados a 1100 °C y, sin embargo, ocurre todo lo contrario. Esto se debe a que la fase líquida transitoria formada durante la sinterización se redistribuye mucho mejor en los aceros sinterizados a 1200 °C que a 1100 °C, por lo que se formarán más poros pequeños y redondeados. Esto hará que aumente la ductilidad en estos aceros y, por tanto, que el efecto que dicha porosidad provoca sobre el alargamiento contrarreste al que provocan los elementos aleantes.

Por tanto, de los ensayos de tracción se concluye que, al aumentar el contenido en carbono de los aceros y la temperatura de sinterización se obtiene una mayor resistencia a tracción y límite elástico. Por otra parte, el alargamiento a rotura obtenido es menor en aquellos aceros con mayor contenido en carbono, pero éste aumenta con la temperatura de sinterización por lo que los aceros sinterizados a mayor temperatura presentarán un comportamiento más dúctil que aquéllos que tienen igual composición y están sinterizados a menor temperatura.

### **4.4. COMPARACIÓN DE PROPIEDADES CON OTROS ACEROS PM**

Seguidamente, se realiza una comparación de propiedades mecánicas, en este caso, dureza, resistencia a tracción y alargamiento a rotura, frente al porcentaje de aleación (incluido el carbono) presente en los distintos materiales comparados. El estudio se realiza entre los aceros fabricados y estudiados en este proyecto y diversos aceros comerciales cuyas propiedades se han obtenido del manual técnico de la empresa Höganäs.

A continuación, se muestran estas gráficas comparativas y el análisis realizado de cada una de ellas en función de los resultados obtenidos:

## Resultados y Análisis

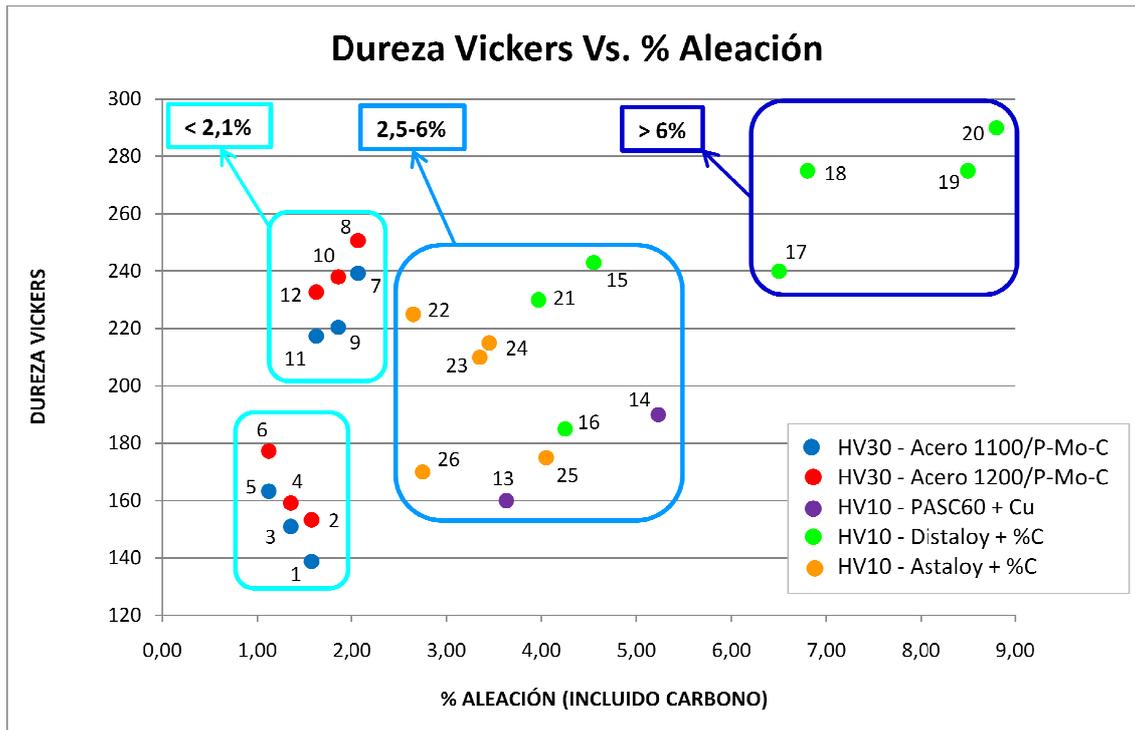


Figura 37. Comparativa de la dureza Vickers, en función del porcentaje de elementos aleantes presentes (incluido el carbono), de los aceros estudiados en el presente proyecto con respecto a aceros comerciales. [15]

Con respecto a esta primera comparativa, decir que se han comparado valores de dureza HV30 de los aceros fabricados y estudiados en este proyecto con respecto a valores de dureza HV10 de los distintos aceros comerciales. Aunque sean diferentes escalas de dureza, se puede realizar una comparación ya que en ambos casos se obtienen valores muy similares, teniendo en cuenta que, en el ensayo HV30 el área de la huella del indentador en el material es mayor por lo que abarcará más fases o estructuras y mayor cantidad de poros.

Al analizar la figura anterior se puede observar que, los aceros fabricados en este proyecto con un contenido en carbono del 0,8% y con contenidos inferiores al 2% en elementos aleantes presentan valores de dureza similares y, en muchos casos, superiores a los aceros comerciales PASC60, Distaloy y Astaloy con contenidos en aleantes entre el 2,5 y el 6%. Además, aquellos aceros Distaloy con más de un 6% de elementos de aleación en su composición, presentan valores ligeramente superiores y, en algún caso, inferiores a uno de los aceros que se han estudiado en este proyecto, el acero 8 (Fe-0,8%C-0,15%P-1,12%Mo). De los aceros fabricados, éste es el que presenta una mayor dureza, aproximadamente 250 HV30, superando a todos los aceros sinterizados con contenidos entre un 2,5 y 6,5% de aleantes.

# Resultados y Análisis

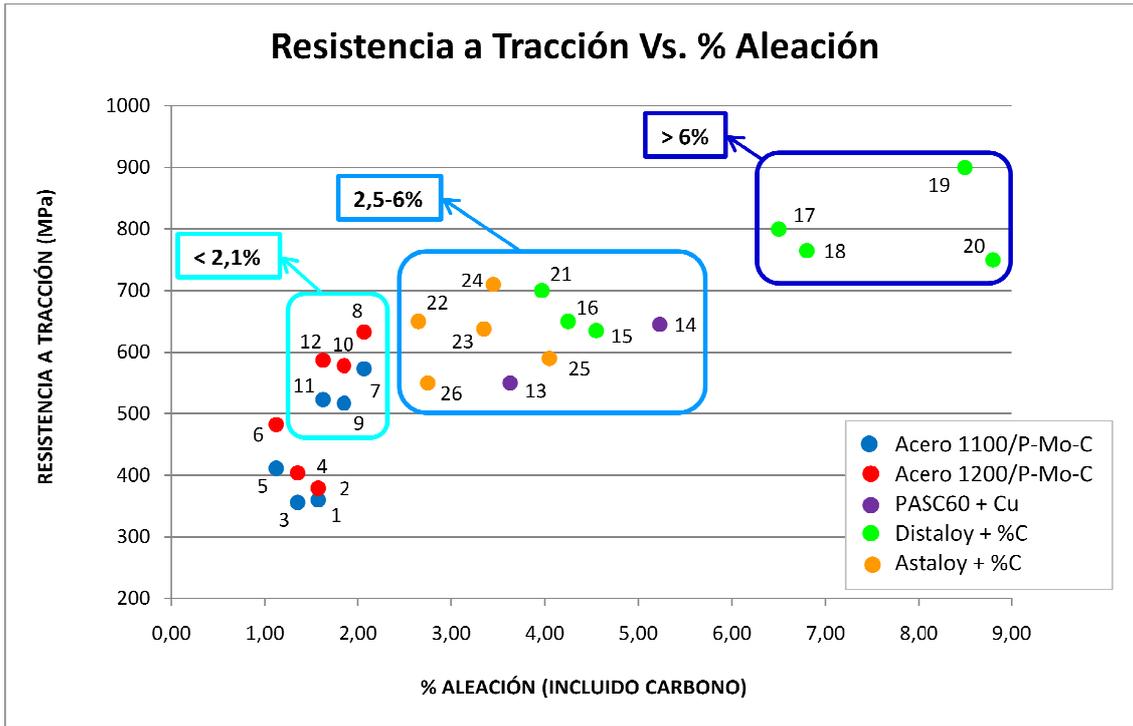


Figura 38. Comparativa de la resistencia a tracción, en función del porcentaje de elementos aleantes presentes (incluido el carbono), de los aceros estudiados en el presente proyecto con respecto a aceros comerciales. [15]

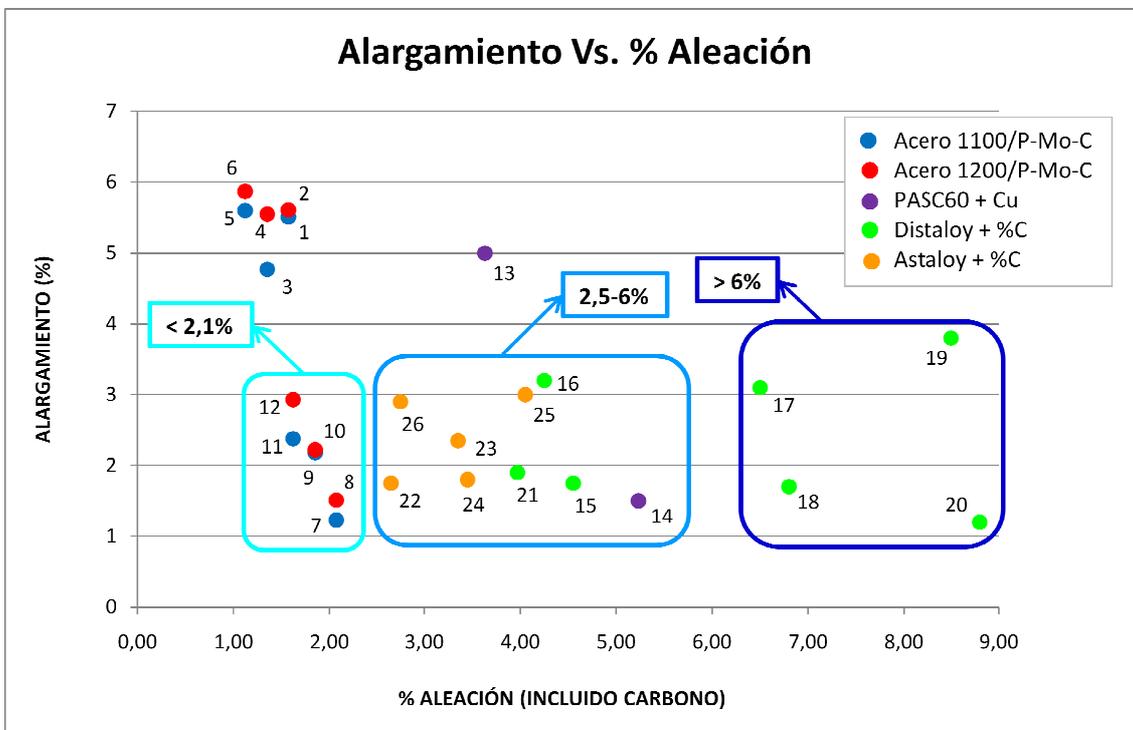


Figura 39. Comparativa del alargamiento a rotura, en función del porcentaje de elementos aleantes presentes (incluido el carbono), de los aceros estudiados en el presente proyecto con respecto a aceros comerciales. [15]

## Resultados y Análisis

Como se observa en las figuras anteriores, los aceros fabricados y estudiados en este proyecto (de color azul y/o rojo), con un contenido en carbono del 0,8% y con contenidos inferiores a un 2% en elementos aleantes, presentan valores de resistencia a tracción y alargamiento a rotura muy similares a los de los aceros comerciales Astaloy y a algunos de los aceros Distaloy, los cuales tienen un contenido entre el 2,5 y 5,5% en aleantes.

En general, con respecto a la resistencia a tracción, se han conseguido fabricar aceros, con contenidos inferiores al 2% de aleantes, que presentan valores similares a los de diversos aceros comerciales que tienen entre un 3 y un 5% de elementos de aleación. En concreto, el acero 8, con un contenido muy bajo de éstos, posee una resistencia similar o superior a la mayoría de aceros Astaloy y PASC60, sólo superada por diversos aceros Distaloy que poseen resistencias de entre 750 y 900 MPa pero con un contenido en aleantes superior al 6%.

En lo referido al alargamiento ocurre prácticamente lo mismo. Aquellos aceros con contenidos de hasta el 2% en aleantes y que tienen valores de resistencia similares o superiores a aceros con contenidos entre un 3 y 5% en éstos, presentan un alargamiento a rotura muy similar.

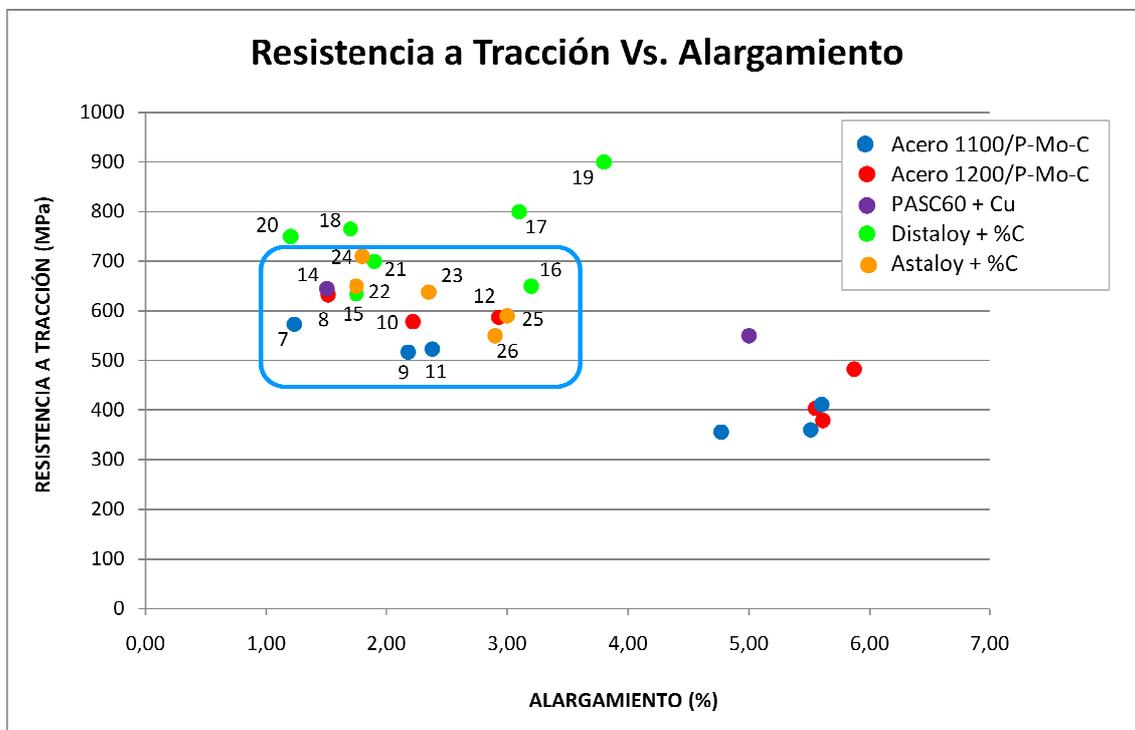


Figura 40. Comparativa de la resistencia a tracción en función del alargamiento a rotura de los aceros estudiados en el presente proyecto con respecto a aceros comerciales. [15]

## Resultados y Análisis

---

En la anterior figura, se representa la resistencia a tracción frente al alargamiento a rotura de todos los aceros comparados en el estudio, observando que los aceros fabricados en este proyecto, con menor porcentaje de aleantes, se encuentran dentro de un grupo de ellos con propiedades muy similares.

Por tanto, con este estudio comparativo se demuestra que se pueden fabricar aceros con contenidos en elementos de aleación inferiores al 2% y que presenten propiedades mecánicas similares o superiores a aceros comerciales con contenidos entre el 2,5 y el 5% en éstos, lo que supone para el fabricante un ahorro económico sustancial gracias a la disminución del contenido en aleantes del material.

## Resultados y Análisis

<b>LEYENDA</b>	
<b>Nº</b>	<b>Denominación</b>
<b>1</b>	Fe-0,3%C-0,15%P-1,12%Mo / T: 1100 °C
<b>2</b>	Fe-0,3%C-0,15%P-1,12%Mo / T: 1200 °C
<b>3</b>	Fe-0,3%C-0,30%P-0,75%Mo / T: 1100 °C
<b>4</b>	Fe-0,3%C-0,30%P-0,75%Mo / T: 1200 °C
<b>5</b>	Fe-0,3%C-0,45%P-0,37%Mo / T: 1100 °C
<b>6</b>	Fe-0,3%C-0,45%P-0,37%Mo / T: 1200 °C
<b>7</b>	Fe-0,8%C-0,15%P-1,12%Mo / T: 1100 °C
<b>8</b>	Fe-0,8%C-0,15%P-1,12%Mo / T: 1200 °C
<b>9</b>	Fe-0,8%C-0,30%P-0,75%Mo / T: 1100 °C
<b>10</b>	Fe-0,8%C-0,30%P-0,75%Mo / T: 1200 °C
<b>11</b>	Fe-0,8%C-0,45%P-0,37%Mo / T: 1100 °C
<b>12</b>	Fe-0,8%C-0,45%P-0,37%Mo / T: 1200 °C
<b>13</b>	PASC60 (0,03%C-0,6%P) + 3%Cu / T: 1120 °C, Endogas
<b>14</b>	PASC60 (0,03%C-0,6%P) + 4%Cu + 0,6%C / T: 1120 °C, Endogas
<b>15</b>	Distaloy SA (1,5%Cu-1,75%Ni-0,5%Mo) + 0,8%C / T:1120 °C
<b>16</b>	Distaloy AB (1,5%Cu-1,75%Ni-0,5%Mo) + 0,5%C / T: 1150 °C
<b>17</b>	Distaloy AE (1,5%Cu-4%Ni-0,5%Mo) + 0,5%C / T:1120 °C
<b>18</b>	Distaloy AE (1,5%Cu-4%Ni-0,5%Mo) + 0,8%C / T:1120 °C
<b>19</b>	Distaloy AF (2%Cu-5%Ni-1%Mo) + 0,5%C / T:1120 °C
<b>20</b>	Distaloy AF (2%Cu-5%Ni-1%Mo) + 0,8%C / T:1120 °C
<b>21</b>	Distaloy DC (2%Ni-1,47%Mo) + 0,5%C / T: 1150 °C
<b>22</b>	Astaloy 85 Mo (0,85%Mo) + 1%Cu + 0,8%C / T:1120 °C
<b>23</b>	Astaloy 85 Mo (0,85%Mo) + 2%Ni + 0,5%C / T:1120 °C
<b>24</b>	Astaloy A (1,9%Ni-0,55%Mo-0,2%Mn) + 0,8%C / T:1120 °C
<b>25</b>	Astaloy A (1,9%Ni-0,55%Mo-0,2%Mn) + 1%Cu + 0,4%C / T:1120 °C
<b>26</b>	Astaloy B (0,45%Ni-0,6%Mo-0,3%Mn) + 1%Cu + 0,4%C / T:1120 °C

*Tabla X. Denominación de los aceros estudiados en el presente proyecto (1 a 12) y de los aceros comerciales (13 a 26) empleados en el estudio comparativo de propiedades. Todos ellos han sido sinterizados durante 30 minutos en atmósfera 90/10 N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>. [15]*

# **CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES GENERALES**

### 5. CONCLUSIONES GENERALES

Una vez analizados todos los resultados obtenidos de los ensayos realizados a todos y cada uno de los aceros fabricados, las conclusiones generales que se extraen son las siguientes:

1. Se han conseguido fabricar aceros sinterizados, a partir de polvos de hierro comerciales de la empresa Höganäs, con una estructura heterogénea formada por estructuras perlítico-ferríticas y estructuras bainíticas, con bajos contenidos en elementos de aleación, en este caso, fósforo y molibdeno, y que presentan propiedades mecánicas similares e incluso superiores a aceros sinterizados con contenidos de aleación entre el 3 y el 6%, lo que supone un importante ahorro económico en el proceso de fabricación.
2. La sinterización a alta temperatura influye notablemente en las propiedades físicas y mecánicas de estos aceros consiguiendo, en todos los casos, mayores valores al sinterizar a una temperatura de 1200 °C en vez de a 1100 °C. Además, a la temperatura de 1200 °C se consigue mayor estabilidad dimensional en los aceros ya que se optimizan los efectos de difusión y crecimiento de grano.
3. En general, los aceros fabricados con mayor contenido en carbono presentan mejores propiedades mecánicas pero según se considere un 0,3% o un 0,8% C, los elementos aleantes influyen de forma totalmente distinta. Así, dentro de los aceros con un 0,3% de carbono, aquéllos con mayor contenido en fósforo y menor en molibdeno son los que presentan las mejores propiedades y mayor estabilidad dimensional. Sin embargo, en los aceros con un 0,8% de carbono, aquéllos con menor contenido en fósforo y mayor en molibdeno presentan los valores máximos de propiedades y una variación dimensional prácticamente nula.
4. El acero Fe-0,8%C-0,15%P-1,12%Mo sinterizado a 1200 °C es el material, de todos los fabricados, que presenta las mejores propiedades mecánicas (dureza, resistencia a tracción y límite elástico), elevada densidad, superior a 7,25 g/cm<sup>3</sup>, y muy buena estabilidad dimensional.

## Conclusiones Generales

---

Como conclusión general de este trabajo, se puede afirmar que se ha desarrollado una nueva familia de aceros sinterizados de altas prestaciones en base a dos tipos de polvos totalmente comerciales y disponibles en el mercado, y mediante una ruta de procesado perfectamente exportable a la industria. Además, los niveles de propiedades mecánicas alcanzadas son equivalentes a las de materiales con contenidos en elementos aleantes muy superiores. Por tanto, los aceros desarrollados en este proyecto son un firme candidato para ser industrializados por su buena relación coste/propiedades.

# **CAPÍTULO 6: LÍNEAS FUTURAS DE TRABAJO**

### 6. LÍNEAS FUTURAS DE TRABAJO

Tras la caracterización y el análisis de propiedades realizado en este proyecto, son varias las nuevas y futuras vías de investigación que se pueden abrir con respecto a este tipo de aceros sinterizados y aleados con fósforo y molibdeno, las cuales pueden ir dirigidas a la consecución de los siguientes objetivos:

- ✓ Determinar mediante estudios de dilatometría en qué instante del proceso de sinterización se forma una fase líquida transitoria, como consecuencia de la presencia del fósforo en estos aceros, y cuáles son los efectos reales de la misma en la variación dimensional de los mismos.
- ✓ Realizar una caracterización de las propiedades dinámicas mediante ensayos de fatiga y flexión y ensayos de impacto (Charpy) de aquellos aceros que presenten unas mejores propiedades físicas y mecánicas, estudiando la influencia tanto de la temperatura de sinterización como de los elementos de aleación.
- ✓ Estudiar cómo influye un aumento de la temperatura de sinterización por encima de los 1250 °C en las propiedades físicas y mecánicas de estos aceros y, además, ver cómo influye la formación de una nueva fase líquida transitoria como consecuencia de la presencia del molibdeno.

# **CAPÍTULO 7: BIBLIOGRAFÍA**

## 7. BIBLIOGRAFÍA

### 7.1. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] M. Campos, L. Blanco, J. Sicre-Artalejo, J.M. Torralba, “High Performance Low Alloy Steels: Up Date”. Revista de Metalurgia, Vol. 44, Págs.: 5-12, Enero-Febrero de 2008.
- [2] C. Ferrer Giménez, V. Amigó Borrás, “Tecnología de Materiales”. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Univ. Politécnica de Valencia. Ed. UPV. 2003.
- [3] J.M. Torralba, M. Campos, “From sintered iron to high performance PM steels”. IMDEA Materials & Dpt. Materials Science and Eng., Univ. Carlos III Madrid.
- [4] American Society for Metals, “Metals Handbook. Powder Metallurgy Terms and Definitions. Vol. 7”. Págs.: 1-14. 1998.
- [5] J.M. Torralba, “Manual de pulvimetalurgia. Bloque I: Tecnología de los materiales sinterizados”. Publicaciones Universidad Carlos III de Madrid. 2003.
- [6] A. Šalák, “Ferrous Powder Metallurgy”. Cambridge International Publishing. 1995.
- [7] F. Devesa Albeza, “Estudio de las propiedades microestructurales y mecánicas de aleaciones de Ti-Mo obtenidas por pulvimetalurgia”. Trabajo de Investigación, Univ. Politécnica de Valencia. 2011.
- [8] W. Schatt, K. Wieters, “Powder Metallurgy: Processing and Materials”. Technical University of Dresden, Germany. European Powder Metallurgy Association. 1997.
- [9] R.J. Causton, W.B. James, J.J. Fulmer, “Performance Characteristics of a new Sinter-Hardening Low-Alloy Steel”. Presentado en Annual Powder Metallurgy Conference Chicago, Illinois. Junio de 1991.
- [10] R.T. Warzel III, D. Milligan, S. Berg, S. Bengtsson, “Dimensional Change Comparison of Materials with Different Microstructures”. Presentado en PM World Congress in Washington, USA. Junio de 2008.

## Bibliografía

---

- [11] P. Lindskog, J. Tengzelius & S.A. Kvist, "Phosphorus as an Alloying Element in Ferrous P/M". Höganäs AB, S-263 01 Höganäs, Suecia.
- [12] H. Danninger, R. Pötschacher, S. Bradac, A. Šalák & J. Seyrkammer, "Comparison of Mn, Cr and Mo alloyed Sintered Steels prepared from Elemental Powders". Powder Metallurgy, Vol. 48, No. 1. 2005.
- [13] S. Trivedi, Y. Mehta, K. Chandra & P.S. Mishra, "Effect of chromium on the mechanical properties of powder-processed Fe-0,45%P alloys". Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, Issue 1, Págs. 85-90. Enero de 2010.
- [14] C.T. Kwok, F.T. Cheng, H.C. Man, "Laser surface modification of UNS S31603 stainless steel. Part I: microstructures and corrosion characteristics". Materials Science and Engineering: A, Vol. 290, Issues 1-2, Págs. 55-73. Octubre de 2000.
- [15] Manual técnico: "Polvos de Hierro y Acero Höganäs para Componentes Sinterizados". Höganäs AB. 2002.
- [16] S. Kalpakjian & S.R. Schmid, "Manufactura, Ingeniería y Tecnología". Ed. Pearson Education, Págs. 442-443. 2002.
- [17] B.Y. Cheng, K.S. Hwang, "Comparative study of carbon black and graphite powder as carbon source for PM compacts". Powder Metallurgy, Págs. 51-56. 2010.
- [18] International Standard MPIF 42, "Determination of Density of Compacted or Sintered Metal Powder Products".
- [19] International Standard ISO 2738:1999 (E).
- [20] International Standard MPIF 43, "Determination of Hardness of Powder Metallurgy Products".
- [21] American Society for Testing and Materials Test Method E8/E8M-11 Standard, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials".

## Bibliografía

---

[22] [www.struers.com](http://www.struers.com), Ensayo de dureza Vickers.

[23] [www.wab.ch](http://www.wab.ch), Catálogo de modelos TURBULA.

[24] R. de Oro Calderón, “Diseño de Aleaciones Maestras para la Sinterización con Fase Líquida de Aceros al Mn-Si”. Tesis doctoral, Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química, Univ. Carlos III de Madrid. Marzo de 2012.

[25] A. Calatayud, “Aleaciones para Ingeniería Mecánica”. Material Docente Departamento Ciencia de los Materiales. Escuela de Ingenieros Industriales de Albacete. Universidad de Castilla-La Mancha.