

Universidad Carlos III de Madrid

Escuela Politécnica Superior

**Departamento de Ciencia e Ingeniería de
los Materiales e Ingeniería Química**

PROYECTO FIN DE CARRERA

INGENIERÍA INDUSTRIAL



**Contribución de la microestructura
en la fractura de aceros
sinterizados**

Autora: Laura Esteban de Dios

Tutores: José Manuel Torralba Castelló

Elena Bernardo Quejido

15 de Septiembre 2014

“Hay una fuerza motriz más poderosa que el vapor, la electricidad y la energía atómica: la voluntad”

Albert Einstein

AGRADECIMIENTOS

Quería dar las gracias a todas las personas que han creído en mí y me han dado la brillante oportunidad de poder realizar este proyecto.

En primer lugar, a mis tutores: José Manuel Torralba y Elena Bernardo por dirigir este proyecto y guiarme en todo momento. Agradezco enormemente su ayuda y dedicación a este trabajo, el haberme transmitido entusiasmo y pasión por lo que hago. Gracias por brindarme la oportunidad de haber realizado un proyecto del que tanto he aprendido y disfrutado.

También quería dar las gracias a mi familia que tanto apoyo me ha dado durante todos estos años. A mis padres por todos los valores que me han inculcado, por recordarme todos los días que con voluntad y esfuerzo, todo es alcanzable. Por estar ahí cuando las cosas se tuercen y por motivarme en todo momento.

Por su puesto muchas gracias a esas grandes personas que he conocido en mi paso por la universidad, amigos para toda la vida. Personas con las que he compartido grandes momentos y los que nos quedan por vivir juntos.

A todos ellos, de corazón, GRACIAS.

ÍNDICE

RESUMEN	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUCCIÓN	5
1.1 INTRODUCCIÓN A LOS ACEROS SINTERIZADOS	5
1.1.1 Elementos de aleación	6
1.2 MÉTODOS DE ALEACIÓN DE ACEROS PM	8
1.3 COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE LOS ACEROS	9
1.3.1 Mecanismos de fractura	9
1.3.2 Efecto de la porosidad en la propagación de las grietas	13
1.3.3 Influencia de la microestructura	18
1.3.4 Empleo de técnicas avanzadas de caracterización para estudiar la relación microestructura-propiedades	22
2. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS	25
3. MATERIALES Y MÉTODOS	27
3.1 ESQUEMA DEL PROCESO EXPERIMENTAL	27
3.2 MATERIALES	28
3.3 CONSOLIDACIÓN DE LOS ACEROS	29
3.3.1 Mezcla	29
3.3.2 Compactación	29
3.3.3 Sinterización	29
3.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEROS SINTERIZADOS	30
3.4.1 Densidad del sinterizado	30
3.4.2 Caracterización microestructural	30
3.4.3 Dureza aparente	30
3.5 ENSAYOS MECÁNICOS DE TRACCIÓN CON MICROMÁQUINA	31
3.5.1 Probetas	31
3.5.2 Ensayos de tracción en micromáquina	32
3.5.3 Ensayos de tracción in-situ	32
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	37
4.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LOS ACEROS SINTERIZADOS	37
4.2 COMPORTAMIENTO DE LOS MATERIALES A TRACCIÓN	40
4.2.1 Propiedades mecánicas	40
4.2.2 Estudio de la nucleación y progresión de las grietas	42

4.3 MAPAS DE DEFORMACIÓN (DIC)	59
4.3.1 Acero al carbono: Fe-C	63
4.3.2 Acero prealeado con Mo: Astaloy Mo	64
4.3.3 Acero aleado por difusión: Distaloy AE	65
4.3.4 Acero prealeado y aleado por difusión: Distaloy HP1	66
5. CONCLUSIONES	67
6. LÍNEAS FUTURAS	69
7. BIBLIOGRAFÍA	71
8. ANEXO	75
8.1 ACERO AL CARBONO: Fe-C	75
8.2 ACERO ALEADO POR DIFUSIÓN: DISTALOY AE	76
8.3 ACERO PREALEADO Y ALEADO POR DIFUSIÓN: DISTALOY HP1	77

RESUMEN

En el ámbito de los aceros sinterizados, son numerosos los estudios cuyo foco de interés se ha centrado en explicar el papel de la microestructura en el comportamiento mecánico. Este interés nace de la necesidad de obtener aceros con un nivel de propiedades más competitivo, que propicie la expansión de esta familia de aceros frente a procesos de fabricación convencionales.

En este sentido, el análisis de la relación microestructura-propiedades en los aceros pulvimetalúrgicos supone un reto, ya que en general presentan microestructuras muy heterogéneas y con abundante porosidad, lo que dificulta el estudio. Resulta especialmente interesante poder conocer qué microconstituyentes son los que colaboran en soportar la deformación plástica que se opone a la fractura del material, así cómo identificar en qué zonas nuclean las grietas y por donde propagan a través de la microestructura. Este conocimiento ayudará a un mejor diseño microestructural a través del procesado, y la principal consecuencia será una mejora en las prestaciones. La mayoría de los estudios reportados hasta el momento y que tratan de acercarse al problema de esta manera, han expuesto los aceros a ensayos cíclicos (ensayos de fatiga) y a un posterior análisis de la superficie de fractura. Además, se han empleado técnicas de elementos finitos o análisis de la superficie de fractura con SEM, con tal de obtener información sobre la propagación de la grieta y las zonas preferentes de nucleación de las primeras grietas. Sin embargo, no existen estudios del análisis in-situ de la contribución de diferentes aspectos microestructurales en la localización de la deformación plástica o los mecanismos de fractura de este tipo de aceros, y menos aún estudios donde se combinen de forma simultánea los distintos enfoques.

En este trabajo se lleva a cabo una monitorización in-situ del fallo de aceros sinterizados comerciales sometidos a una carga uniaxial con el fin de identificar los aspectos microestructurales más críticos que contribuyen y condicionan la fractura del material. El estudio se realiza a partir de la combinación de dos técnicas que actualmente se utilizan en la caracterización de aceros convencionales: 1) análisis in-situ (dentro del microscopio electrónico de barrido) de muestras sometidas a ensayos de tracción y 2) análisis de deformación plástica local de mediante la técnica de Correlación Digital de Imágenes “Digital Image Correlation” (DIC). El estudio es reforzado con el análisis de la superficie fracturada una vez que se produce el fallo en los materiales.

Para ello, se utilizan cuatro tipos de aceros sinterizados obtenidos a partir de polvos base Fe comerciales que permiten obtener aceros con distinto grado de homogeneidad: 1) Acero al C a partir de polvo de hierro atomizado en agua, 2) Acero al Mo a partir de polvo de hierro prealeado con Mo, 3) Acero al Mo, Ni y Cu a partir de polvo de hierro aleado por difusión con Mo, Ni y Cu y 4) Acero al Mo, Ni y Cu a partir de polvo de hierro prealeado con Mo y aleado por difusión con Ni y Cu.

El empleo de las tres técnicas conjuntamente ha permitido esclarecer la contribución de cada microconstituyente en la localización de la deformación y la progresión de grietas en materiales sinterizados utilizados en la industria.

Palabras clave: in-situ test, técnica DIC, fractura, microestructura.

ABSTRACT

In the technical and scientific literature which concerns about sintered steels, it could be found a wide range of approaches so as to understand the microstructure behavior during tensile test. This interest could be explained given the need to develop PM steels to more competitive materials compared to conventional steels. It turned out to be a big challenge because of sintered steel heterogeneity and the abundance of pores, which difficult it's analysis. Thus far, most of the technical papers study the progress of the main crack after tensile or impact test, or analysis the fracture surface. Most of them manage to understand the effect of the microstructure with fine element tools such as FEM or analysis of the fracture surface with SEM after tensile test. As far as the contribution of microstructure in mechanical behavior is concerned, there are no significant published works which explain the contribution of the present phases on plastic deformation of the whole system and the role of each phase in the progress of the cracks after a tensile test.

Therefore, in this work it is made some research about this issue putting into practice three different techniques: 1) in-situ tensile test (inside the scanning electron microscope), monitoring the initiation and evolution of the main crack through the microstructure, 2) analysis of fracture surface after the tensile test, and 3) look further at individual phases contribution in avoiding the crack propagation, using "Digital Image Correlation" (DIC) technique, which is a software that is able to detect which individual microconstituent is responsible for the plastic deformation of the material under an axial stress.

To achieve this aim, four different PM sintered steels with different microstructures are used: 1) Steel with C from atomized iron powder (ASC100.29, por Höganäs AB) 2) Steel with Mo from a prealloyed Fe-Mo-C powder (Astaloy Mo grade, from Höganäs AB), 3) Steel with Mo, Ni and Cu, from a diffusion alloyed Fe-Ni-Cu-Mo-C powder, (Distaloy AE, from Höganäs AB) and 4) Steel with Mo, Ni and Cu, from a prealloyed and diffusion alloyed Fe-Ni-Cu-Mo-C powder, (Distaloy HP1, from Höganäs AB)

After putting into practice the three techniques together, better understanding of the contribution of each phase in the mechanical behaviour is achieved. As a result, there is a good knowledge of which alloying technique is suitable for each application depending on the mechanical conditions.

Keywords: fracture, microstructure, in-situ tests, DIC technique.

1. INTRODUCCIÓN

1.1 INTRODUCCIÓN A LOS ACEROS SINTERIZADOS

Los aceros pulvimetalúrgicos están formados por un conjunto muy diverso de composiciones que se caracterizan por proporcionar buenas propiedades mecánicas y excelentes tolerancias dimensionales. Una de las principales ventajas de obtener aceros por la vía pulvimetalúrgica es la posibilidad de producir en serie componentes con geometrías complejas a menor coste, en comparación con otras tecnologías de fabricación convencionales [1]. Estas propiedades, resultan especialmente beneficiosas para la industria del automóvil que prioriza una producción en masa de calidad y económica.

Sin embargo, el principal hándicap de los materiales sinterizados es la existencia de abundante porosidad y sensibilidad a la oxidación. Por este motivo, para obtener aceros altamente competitivos frente a los aceros convencionales, numerosos estudios focalizan todos sus esfuerzos en la optimización de los costes de producción de grandes series que tengan las propiedades suficientes para determinada aplicación. Para la consecución de estos objetivos, se puede actuar sobre las técnicas de procesado o sobre los elementos de aleación.

El proceso pulvimetalúrgico convencional se compone de tres etapas: mezcla, compactación (presión) y sinterización (temperatura). Dado que la ampliación del volumen de mercado está ligado a la obtención de mayores densidades manteniendo la precisión dimensional, la mayor parte de los avances han estado centrados en la reducción del volumen total de poros. Además, las propiedades mecánicas finales no solo están relacionadas con el volumen de porosidad, sino con la distribución y la forma de los poros. Por ello, se han implementado técnicas que modifiquen el sistema de poros como: desarrollar mejores procesos de compactación que permitan obtener mejores densidades en verde, modificando parámetros de sinterización tales como el mejor control de la atmósfera y humedad de los hornos, compactación en caliente y sinterización a alta temperatura con la que se alcanzan sistemas con menor volumen de porosidad, óxidos y por tanto, los procesos de difusión se ven favorecidos [2].

La otra vía de actuación es el método de aleación o la elección de elementos de aleación aptos para las características requeridas del producto final. Los principales métodos de aleación son: mezcla elemental, polvos prealeados, polvos aleados por difusión (predifundidos), una combinación de polvos prealeados y aleados por difusión, y aleaciones maestras, cuyas diferencias se explican con más detalle en los siguientes apartados. En cuanto a los elementos de aleación, el Cu, Ni y Mo son los que se han usado de manera masiva. La razón se encuentra en las buenas propiedades mecánicas que proporcionan al acero y su baja afinidad por el oxígeno en comparación con otros elementos como Cr o Mn, altamente utilizados en aceros de forja o de colada [3], pero cuya adición como elemento de aleación en los aceros pulvimetalúrgicos se ha visto

frenada por los problemas de oxidación que presentan. Otro camino por el que se puede mejorar es variando el modo en el que se introducen en el sistema los diferentes elementos de aleación.

1.1.1 Elementos de aleación

Desde los comienzos de la fabricación de componentes pulvimetalúrgicos en 1930 para la industria automovilística, se experimentó en primera instancia con el Mn, Cr y Si como elementos de aleación, pero su empleo para aceros de baja aleación fue descartado enseguida. Dichos elementos de aleación tienen la ventaja de provocar un aumento de la templabilidad en el acero con un coste de producción menor y buena reciclabilidad [2]. Sin embargo, su utilización en la industria pulvimetalúrgica se ha visto obstaculizada por su gran facilidad de formar óxidos, lo que en la década de los 90 suponía una gran desventaja dado que aún no se habían implementado tecnologías que controlasen de manera eficiente las atmósferas de los hornos de sinterización [3].

El primer elemento de aleación introducido en un sistema Fe-C fue el Cu en la década de los 60, por su capacidad de crear una fase líquida a 1083°C, por debajo de la temperatura de sinterización, activando de este modo los mecanismos de dicha etapa. El Cu es capaz de penetrar por capilaridad entre partículas y por los bordes de grano, lo que inevitablemente provoca un hinchamiento del acero. Este fenómeno lleva asociado una disminución de la densidad con la aparición de porosidad secundaria, y reducción de la ductilidad. Las causas que producen las variaciones dimensionales se pueden controlar o bien añadiendo elementos como Ni o WO_3 , o con la adicción de grafito [4]. El Cu dota al acero de alta resistencia a tracción y bajo alargamiento, por lo que los aceros al Cu supusieron un gran avance para la industria metalúrgica.

El Ni por otra parte, confiere al acero buenas propiedades mecánicas, mayor tenacidad y mejor resistencia a fatiga [4]. El comportamiento del Ni en los aceros es muy distinto al del Cu debido a que no produce fase líquida y en vez de producir aumento de dimensiones, provoca una contracción. La velocidad de difusión del Ni en el Fe es muy baja produciendo una solución sólida que sólo difunde parcialmente en la etapa de la sinterización, por ello tras el proceso se observan zonas ricas en Ni en la microestructura [3]. La adicción de C en estas aleaciones es fundamental ya que da lugar a una fase martensítica más dura que la que es capaz de alcanzar solo el Ni. Si el Ni forma parte del sistema de aleación Fe-Cu-Ni-C, se compensa el hinchamiento del Cu, confiriéndole al acero PM mayor densidad después de sinterizado, y por tanto mejores propiedades mecánicas sobretodo en fatiga.

De manera simultánea al empleo del Ni y Cu en aceros de baja aleación y en búsqueda de un elemento de aleación con mejor estabilidad dimensional, se introdujo el fósforo como elemento de aleación. Las principales ventajas que aporta el fósforo: activación de la etapa de sinterización con la formación de la fase líquida y capacidad de estabilizar la fase ferrítica. Este fenómeno se traduce en que la autodifusión en la fase ferrítica es

mucho mayor que en la austenítica, dando lugar a una porosidad de morfología más redondeada que la obtenida como resultado de la adición de otros elementos de aleación como el Ni o Cu [3] y [4].

A mediados de los años 70 se introdujo el Mo como elemento de aleación por su alta templabilidad y baja afinidad por el oxígeno [3] y [4]. Durante la sinterización del sistema Fe-C-Mo, el C difunde en el Mo para formar un carburo que da lugar a una reacción eutéctica en contacto con la austenita y se genera una fase líquida. Dicho elemento de aleación, suele ir prealeado con el Fe consiguiendo mayor homogeneidad y evitando microrechupes o porosidad.

Entre los años 80-90 se lanzaron al mercado una amplia gama de aceros pulvimetalúrgicos de altas prestaciones y muy competitivos en la industria del automóvil con proyección de expansión a otras industrias [3]. Con la mejora de los métodos de aleación, surgió el sistema parcialmente aleado por difusión (Fe-Cu-Ni-Mo-C), que comercialmente recibe el nombre de *Distaloy* suministrado por Höganäs AB. Esta familia de aceros presenta mejores propiedades mecánicas, y una excelente estabilidad dimensional, pero requieren mayores presiones de compactación durante su conformado.

En los últimos años, se ha intentado introducir el cromo y manganeso como elementos de aleación, lo que supone un gran reto dada su gran afinidad por el oxígeno. Los motivos por los cuales se buscan métodos para alear dichos elementos son por la mejora pronunciada en la templabilidad del acero, su mayor reciclabilidad y menor coste [2, 3] en comparación con el Cu y el Ni. Además, el uso del Ni está restringido debido a su carácter cancerígeno.

El principal obstáculo al que se enfrenta el cromo, es que forma óxidos muy estables durante el proceso de sinterización, pero dicho efecto se puede minimizar prealeándolo con el Fe y optimizando las condiciones de sinterización [4]. En cuanto al manganeso, se caracteriza por sublimar a bajas temperaturas, dada su alta presión de vapor (19,88Pa a 1100°C) [4]. En consecuencia, los vapores de manganeso se condensan en la superficie de las partículas de Fe antes de la formación de los cuellos de sinterización, difundiendo hacia el interior de las partículas y mejorando la extensión de los contactos. Al tratarse de un fenómeno superficial, el manganeso se ha de añadir en tamaño de partícula muy pequeño ($<10 \mu m$), lo que puede producir problemas de segregación [2].

1.2 MÉTODOS DE ALEACIÓN DE ACEROS PM

En el campo de los aceros sinterizados, existen diferentes técnicas de incorporación de los elementos de aleación (EA), que se representan en la Figura 1.1 [4].

Técnica de aleación	Características
<p>Mezcla de polvos</p> 	<p>Mezcla del Fe con las cantidades necesarias de elementos de aleación. El proceso de aleación tiene lugar durante la sinterización.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Flexibilidad en la composición de la aleación • Mantiene la compresibilidad del Fe • Problemas de segregación • Microestructuras heterogéneas • La composición final del acero se obtiene durante sinterización
<p>Prealeado</p> 	<p>Fe atomizado con los elementos de aleación de tal manera que cada partícula es una aleación de Fe con los EA en solución sólida.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Composición fija • Baja compresibilidad • No existe segregación de EA • Microestructuras homogéneas
<p>Prealeado por difusión (Predifundido)</p> 	<p>La mezcla de Fe con EA se trata en atmósfera reductora produciendo interdifusión de EA en Fe. Las partículas de Fe se encuentran localmente prealeadas.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Composición fija. • Buena compresibilidad • Menor segregación de EA
<p>Prealeado y aleado por difusión</p> 	<p>Se añaden elementos aleados por difusión a un polvo base prealeado.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Reúne las ventajas de los dos métodos • Mejores propiedades mecánicas

Figura 1.1. Esquema de las técnicas de aleación en aceros sinterizados.

1.3 COMPORTAMIENTO A FRACTURA DE LOS ACEROS

1.3.1 Mecanismos de fractura

La fractura en materiales metálicos puede producirse a través de dos vías: transgranular (a través de los granos) o de forma intergranular (por los bordes de grano), tal y como se puede ver en la Figura 1.2.

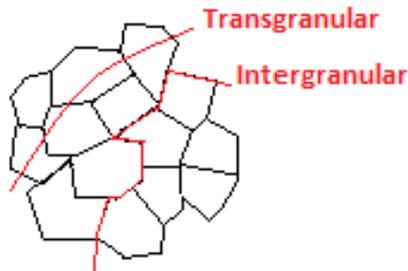


Figura 1.2 Fractura en materiales metálicos: transgranular o intergranular

En materiales metálicos de ingeniería pueden distinguirse dos modos de fractura dependiendo de la energía que se consume: frágil y dúctil, siendo la fractura dúctil el modo de fractura en el que se consume mayor energía. En general, la fractura de los materiales se clasifica atendiendo los siguientes factores: consumo de energía en mayor o menor medida (mayor en el caso dúctil), modo de carga (sobrecarga, fatiga etc.) y deformación plástica [5, 6]. Conforme a dichos factores se pueden distinguir cinco tipos de fractura a nivel micro: fractura dúctil, clivaje, cuasi-clivaje, fractura frágil intergranular y fatiga. Cada uno de estos modos de fractura presenta características específicas del modo de fractura y mecanismos por los que progresa la fractura.

a) Fractura dúctil

Este tipo de fractura va asociado a deformación plástica [7]. La fractura dúctil a nivel micro implica la nucleación, crecimiento y coalescencia de microvacíos llamados “dimples”. Dichos microvacíos se crean en zonas que acumulan más tensiones, por ejemplo donde ha habido inclusiones, segregaciones, poros, segundas fases, bordes de grano y dislocaciones. La morfología característica de los microvacíos es redondeada. A medida que aumenta la carga a la que es sometido el material, los microvacíos crecen y se unen y forman el camino por donde progresa la grieta.

Si dichos microvacíos se han formado en el interior de los granos, la fractura dúctil es transgranular. Sin embargo, si se han formado en bordes de grano, la fractura dúctil es intergranular. En la Figura 1.3 se pueden ver dos ejemplos.

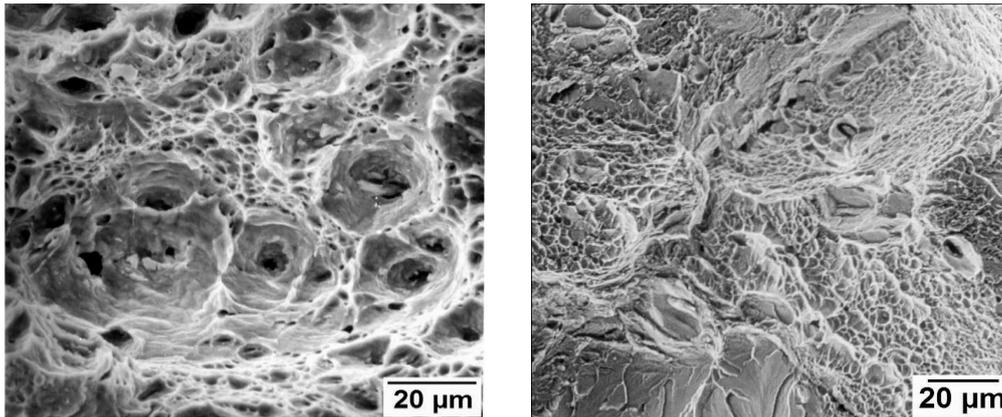


Figura 1.3. Fractura dúctil transgranular (izquierda) e intergranular (derecha) de un material metálico [5]

b) Clivaje

Este tipo de fractura ocurre en planos cristalográficos concretos llamados planos de clivaje, $\{100\}$ para BCC y planos (0001) para cristales HCP. Este modo de fractura implica poca deformación plástica durante fractura y tiene lugar cuando queda restringido el movimiento de dislocaciones. El aspecto del clivaje es muy característico, se suele presentar en forma de lengüeta o de afluente de río, Figura 1.4.

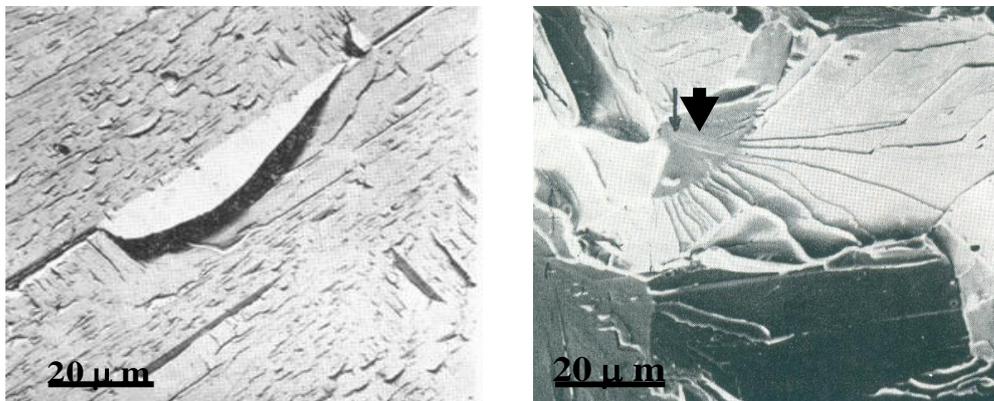


Figura 1.4. Clivaje en forma de lengüeta (izquierda) y clivaje en forma de río (derecha) de un material metálico [5].

c) Cuasi-clivaje

El cuasi-clivaje es un modo de fallo mixto y típico de materiales de alta resistencia. La propagación de la grieta es transgranular y se forma cuando el clivaje se produce con una deformación plástica intensa previa.

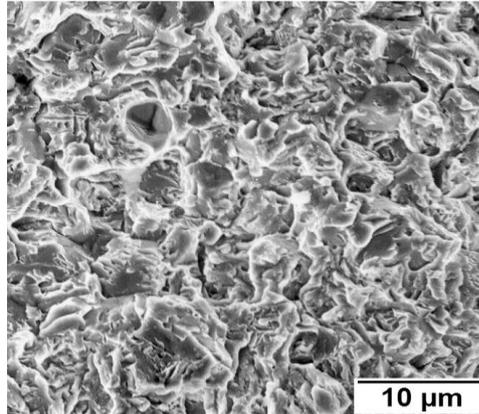


Figura 1.5. Cuasi-clivaje en un material metálico [5]

d) Fractura frágil intergranular

Este modo de fallo tiene lugar cuando la grieta se forma y avanza por los bordes de grano. Este fallo se produce cuando existen impurezas, precipitados, cambio de propiedades de grano a grano o en zonas térmicamente activadas. La morfología característica de la superficie de fractura depende de la causa de fallo dando lugar a distintas facetas, tal y como se puede distinguir en la Figura 1.6

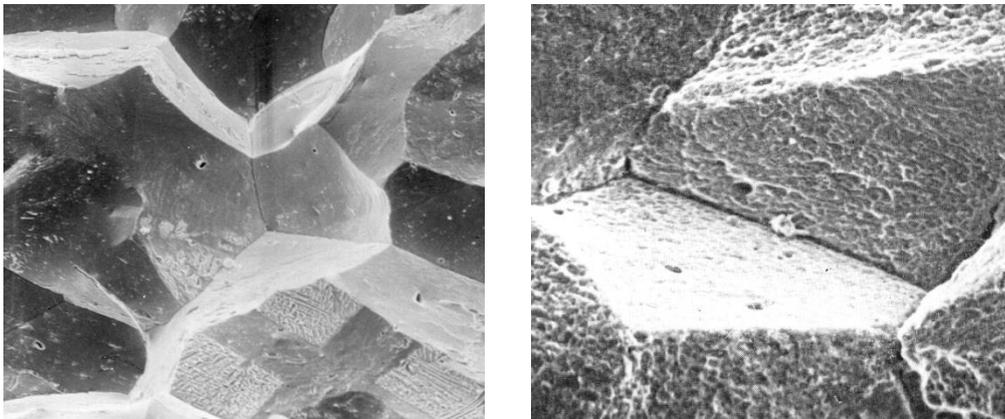


Figura 1.6. Fractura de descohesión. Facetas lisas (izquierda) y rugosas (derecha) en un material metálico [5]

e) Fatiga

Este tipo de fractura es característica de un material sujeto a cargas cíclicas y fluctuantes durante un período de tiempo, cuyo valor es inferior a la tensión máxima alcanzada al romper el material. Se pueden distinguir tres fases: nucleación de la grieta, crecimiento de la grieta formando estrías en la dirección del avance de la grieta y un estado inestable en el que rompe de forma dúctil o frágil.

Este modo de fallo no se va a observar en los aceros de este estudio, pero una descripción más detallado del mismo se recoge en [5, 6].

Mecanismos de fractura en aceros sinterizados

Los modos de fractura de los aceros sinterizados siguen el mismo comportamiento que los aceros convencionales. Asimismo, el camino de fractura se puede realizar de manera intergranular o transgranular al igual que los aceros convencionales. Sin embargo, la presencia de microestructuras más complejas (mayor diversidad de microconstituyentes) y la porosidad abundante característica de estos aceros, dificulta el estudio de fractura.

Fractografía característica de los microconstituyentes y modos de fractura en aceros sinterizados

Los modos de fallos de estos aceros están relacionados con los microconstituyentes característicos de los aceros sinterizados: la perlita rompe en forma de microvacíos a través de la ferrita o de clivaje a través de las lamelas de la cementita, la ferrita presenta facetas de fractura dúctil dando lugar a microvacíos alargados debido a su alta capacidad de deformación, la bainita falla en modo dúctil transgranular dando lugar a microvacíos de morfología equiaxial, la martensita presenta facetas de fractura frágil en forma de clivaje y por último, la austenita se caracteriza por su modo de fallo dúctil.

En general, la superficie de fractura de aceros sinterizados presenta una combinación de los modos de fallo descritos, y se relacionan con las diferentes fases presentes en la microestructura. A modo ejemplo en la Figura 1.7 se muestran dos superficies de fractura de dos aceros sinterizados distintos, acero prealeado con Mo (grado Astaloy Mo, Höganäs AB) en la imagen 1 y acero prealeado, y aleado por difusión (grado Distaloy HP1, Höganäs AB) en la imagen 2. En la primera imagen de la Figura 1.7 se aprecia ruptura dúctil intergranular y transgranular, con presencia de microvacíos de morfología equiaxial típicos de la bainita. Asimismo se pueden ver zonas con aspecto más brillante de microvacíos con morfología alargada, que reflejan la presencia de deformación plástica. Por otra parte, de la Figura 2, se pueden extraer ejemplos de fractura frágil en forma de clivaje (b) característicos del fallo en fases frágiles como la martensita, ruptura dúctil intergranular (a) y extensiones de microcavidades que denotan el fallo en bainitas. Del mismo modo, en esta misma figura aparecen zonas donde se aprecia que ha habido deformación plástica probablemente asociado a la austenita.

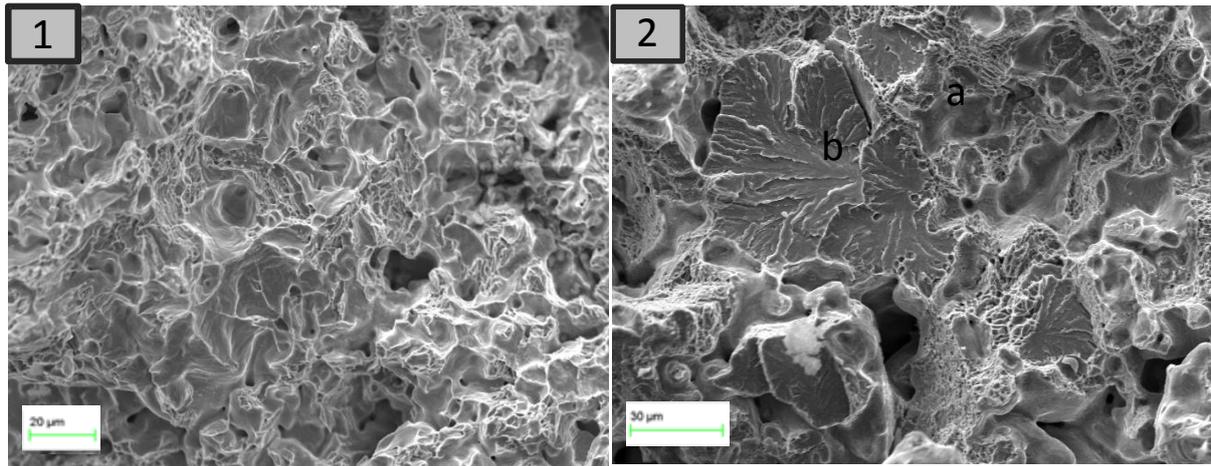


Figura 1.7. En 1: superficie de fractura del acero prealeado con Mo (Astaloy Mo, Höganäs AB), fractura dúctil por coalescencia de microcavidades.

En 2: superficie de fractura del acero prealeado, y aleado por difusión (Distaloy HP1, Höganäs AB), fractura frágil en forma de clivaje (b) y extensiones de microcavidades (a). Imágenes tomadas a partir de aceros estudiados en este trabajo.

1.3.2 Efecto de la porosidad en la propagación de las grietas

Se consideran factores decisivos en la nucleación y crecimiento de grietas: los poros, inclusiones, segregaciones, impurezas que ocasionan tensiones y deterioran las uniones entre partículas, elementos difundidos, áreas de contactos entre partículas, homogeneidad microestructural y condiciones de carga [7]. Teniendo en cuenta que los materiales sinterizados se caracterizan por presentar poros, la porosidad se considera la mayor responsable del descenso de las propiedades, y en consecuencia, el control de la porosidad supone un factor clave para la mejora de las prestaciones del material tanto a cargas dinámicas como estáticas. Por este motivo, muchos estudios que intentan explicar el comportamiento de los materiales sometidos a cargas cíclicas, analizan la influencia de la porosidad presente en los materiales utilizados, ya que éstos serán el punto de partida por el que se inician las primeras grietas [8-22].

Atendiendo a la disminución de las propiedades mecánicas con el aumento de la porosidad en los materiales sinterizados, German [23] realiza un estudio en el que se intenta comprender dicha relación. Se extrae la conclusión de que cuanto más próximos estén los poros entre sí, la grieta propagará más rápidamente dando lugar a ruptura catastrófica. A continuación se expone la Tabla 1.1 donde se explica a través de expresiones matemáticas la relación entre la densidad y las distintas propiedades mecánicas, resistencia, ductilidad y módulo elástico.

Propiedad mecánica	Ecuación	Parámetros	Ref.
Resistencia (σ)	$\sigma = \sigma_0 K \left(\frac{\rho}{\rho_T}\right)^m$	$\sigma_0 =$ resistencia sin poros $K =$ constante $f(\text{geometría})$ $\rho =$ densidad $\rho_T =$ densidad teórica	[23]
Ductilidad (Z)	$Z = \frac{(1 - \varepsilon)^{3/2}}{(1 + c\varepsilon^2)^{1/2}}$	$\varepsilon =$ porosidad $c =$ constante	[23]
Módulo elástico (E)	$E = E_0 K \left(\frac{\rho}{\rho_T}\right)^Y$	$E_0 =$ módulo elástico sin poros $K =$ constante $f(\text{geometría})$ $\rho =$ densidad $\rho_T =$ densidad teórica	[24]

Tabla 1.1 Expresiones matemáticas que cuantifican la influencia de la densidad en las propiedades mecánicas de un material poroso.

La morfología y distribución de los poros son factores clave para entender el comportamiento del material cuando es sometido tanto a ensayos cíclicos como estáticos. Estos factores dependen de la temperatura y tiempo de sinterización (a mayor temperatura, menor porosidad abierta), de la presión de compactación, de la composición del material y del contenido de carbono (a mayor contenido de carbono, porosidad más redondeada al estar más activados los fenómenos de difusión) [7]. Asimismo, el nivel de tensiones acumulado en dichos poros está condicionado por la forma y tamaño de los poros [7, 13]. Debido a la gran influencia de la morfología y espaciado entre poros en las propiedades finales de los materiales sinterizados, se han realizado estudios basados en aceros sinterizados obtenidos a partir de polvos de Fe prealeados con Ni-Mo o polvos de Fe aleados por difusión con Mo, Ni y Cu, sometidos a ensayos cíclicos. Dichos estudios midieron la morfología de los poros calculando el factor de forma, de diferentes aceros con distintos valores de densidad [11, 13, 19, 20]:

$$F = \frac{4\pi A}{P^2} \quad \text{Ecuación 1.1}$$

Siendo P el perímetro del poro y A el área del mismo, tal y como se puede ver en la Figura 1.8 de [11]:

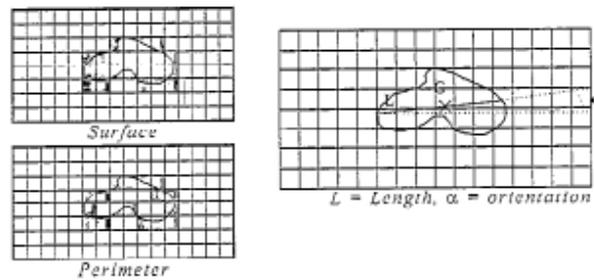


Figura 1.8. Parámetros de un poro para hallar el factor de forma [11]

De los resultados obtenidos con los materiales mencionados, se deduce que a mayor cantidad de porosidad aislada y de morfología regular, mayor resistencia a fatiga tendrá el material [11, 13, 19, 20].

Otro factor fundamental para aumentar la vida de un material es la reducción de la porosidad interconectada, ya que la porosidad interconectada propicia una concentración de tensión local en esos puntos del material, y en consecuencia, un deterioro de las prestaciones del material. Aquellos materiales cuya porosidad sea interconectada, sinterizados a menores temperaturas, las grietas encontrarán un camino fácil para su avance y el fallo será debido a la pérdida de estabilidad plástica en las uniones entre partículas, es decir, los cuellos de sinterización serán los responsables del comportamiento del material [7].

Deng, Chawla y colaboradores [13, 16] estudian la influencia de morfología de los poros, como se realizó anteriormente, y el espaciado entre los mismos, en el comportamiento a fatiga de un acero prealeado Fe-Mo-Ni. Ambos estudios concluyen que un aumento de la densidad implica porosidad de morfología más redondeada, de menor tamaño y un mayor espaciado entre poros, lo que mejora notablemente el número de ciclos antes de fractura final del material, tal y como se puede ver en la Figura 1.9 [16]. Del mismo modo, Bergmark [25] realizó un estudio en un acero predifundido y un acero Fe-Cu-C basándose en que el factor más importante a tener en cuenta en la vida a fatiga de un material es la densidad. De sus resultados, pueden extraerse las mismas conclusiones que en los trabajos mencionados de Deng y Chawla.

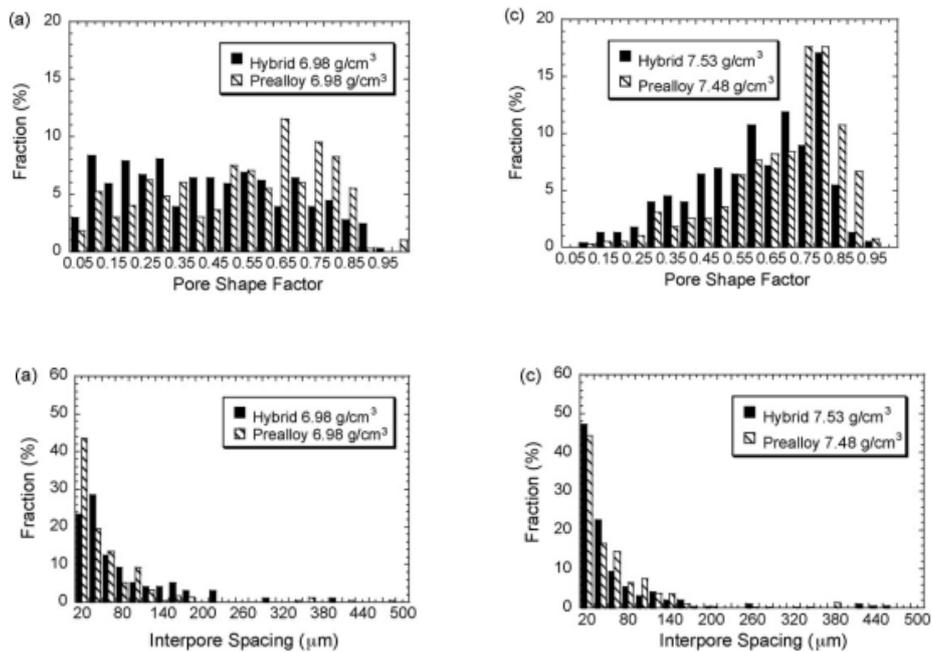


Figura 1.9. Arriba: A menor densidad, mayor irregularidad de los poros y factores de forma más bajos, con una distribución más ancha. Abajo: mayor densidad, mayor espaciado entre poros [16]

Por otra parte, se considera importante distinguir entre porosidad primaria y secundaria [13, 19]. La porosidad primaria se compone de poros aislados y más redondeados resultado de densificación incompleta durante la etapa de sinterización. La porosidad secundaria consiste en poros más irregulares y grandes generados por la transición de la fase líquida a sólida por parte de uno de los elementos de aleación, por ejemplo el Cu, y serán en consecuencia los puntos donde se acumulen más tensiones locales. Por tanto, trabajar con fases líquidas supone un reto dada la gran cantidad de porosidad secundaria remanente tras el proceso de sinterización.

Influencia de la temperatura de sinterización en la morfología de los poros mediante técnicas alternativas

En muchas publicaciones se menciona que el factor más importante a tener en cuenta en la vida a fatiga de un material es la densidad [25]. Para ello se estudia la progresión de las grietas en materiales (acero sinterizado obtenido a partir de polvo de Fe aleado por difusión con Cu, Mo y Ni) de distinta densidad sometidos a fatiga. Se observa en primer lugar, que el mismo material con mayor densidad, aumenta el módulo de Young y la resistencia a tracción. Cuanta mayor densidad se consiga en el material, más anchos serán los cuellos de sinterización, es decir, mayor superficie de contacto entre las partículas y por tanto, menor porosidad y de morfología más redondeada [25].

En base a la importancia de la densificación de los aceros sinterizados para obtener mejores propiedades mecánicas y con ayuda de métodos como micrografía ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) [26] combinado con rayos X, Lamé et al. en los trabajos [27, 28] analiza la microestructura de los materiales antes, durante y después de la sinterización. El objetivo es estudiar los poros de las muestras y su densificación para después relacionarlo con su comportamiento cuando está sometido a cargas. Se examina como los poros alargados e irregulares van desapareciendo a medida que se refuerzan los contactos entre partículas formados en la compactación y se generan soldaduras entre los mismos. A medida que aumentan las zonas de contacto, menor porosidad interconectada, y en consecuencia, mejores propiedades mecánicas.

La mencionada influencia de la temperatura del material en sus propiedades mecánicas, también se puede explicar mediante otras técnicas alternativas: el estudio de la evolución de las deformaciones durante el ciclo térmico de la sinterización a través de ensayos de dilatometría. Vagnon et al. [28] en este trabajo investigan el hinchamiento y contracción del acero sinterizado, en este caso acero obtenido a partir de polvos de Fe aleados por difusión con Ni, Mo y Cu, en las distintas etapas de sinterización. Se observa, en concreto, la infiltración del Cu entre las partículas de Fe-C lo que produce el hinchamiento del acero. El análisis es completado con termogravimetría (TGA), que permite observar las transformaciones de las distintas fases de este acero, la fusión del Cu y transformación de la fase líquida, y los distintos mecanismos de sinterización.

Otros autores centran su foco de interés en explicar la influencia de la morfología de los poros en el comportamiento a fatiga del material basándose en materiales sometidos a temperatura. Piotrowski et al. [29] utilizan imágenes obtenidas por microscopía óptica de un acero aleado por difusión a distintas temperaturas de sinterización, para analizar la morfología de los poros mediante análisis digital de imagen. Mayores valores del factor de forma (Ecuación 2.1) se corresponden con una morfología de poros más regular. Tras someter a los aceros a cargas cíclicas, temperatura y descargas eléctricas y observa que los materiales sinterizados a mayor temperatura presentan: mayor homogeneidad en la distribución de las fases en el matriz ferrítica, mayor espaciado entre poros, mayor dureza y mejor distribución de tensiones cíclicas durante el ensayo a fatiga. En conclusión, aquellos materiales sinterizados a mayor temperatura tienen mayor resistencia a tracción [29].

1.3.3 Influencia de la microestructura

Hasta el momento, numerosos autores han centrado su investigación en la contribución de la microestructura en la progresión de las grietas de materiales sinterizados sometidos a esfuerzos a fatiga [8-22]. Debido a la heterogeneidad de los materiales estudiados y la abundante porosidad integrada en su microestructura, aún no se ha esclarecido cómo se comporta cada microconstituyente al estar sometido a cargas. La mayor parte de los artículos utilizan materiales heterogéneos como prealeados y aleados por difusión, ya que permiten entender mejor el comportamiento de cada fase por separado. En [8, 10-13, 17, 19, 20, 22], se utilizan aceros obtenidos a partir de polvos de Fe aleados por difusión con Ni, Cu y Mo (Distaloy AE, Höganäs AB Suecia) o aceros obtenidos a partir de polvos prealeados y aleados por difusión de características similares, mientras que los artículos [9, 14-16, 18, 21] tratan sobre prealeados y algunos aceros con Cr. En todos ellos la técnica de análisis empleada fue la misma, someter al material a cargas cíclicas y analizar su superficie de fractura con un microscopio electrónico de barrido (SEM). Cabe destacar los trabajos recogidos en [11, 30], en los que se realizó un seguimiento in-situ con SEM, a diferentes estadios de deformación.

El análisis está centrado en aceros sinterizados prealeados y aleados por difusión dada la gran heterogeneidad de microconstituyentes, lo que abre un gran campo de posibilidades. En primer lugar, se denota que la presencia de poros condiciona la nucleación de las primeras grietas, siendo especialmente nocivos aquellos de morfología más irregular e interconectados [8]. Las razones por las cuales estos poros son los responsables de la generación de las primeras grietas, responden a los factores descritos en el anterior epígrafe. Localizados los puntos de nucleación de las primeras grietas, se procede al examen de la contribución de las fases en el avance de las grietas.

Existe un gran debate en el papel que ejerce la austenita en aceros sinterizados. En la mayoría de los estudios realizados se defiende que no todas las grietas iniciadas en la austenita llegan a ser parte de la grieta final [8, 9, 11, 12], sino que detienen su avance gracias a las grandes deformaciones plásticas soportadas por la austenita. Las grietas progresan a través de la martensita o en la intercara de la martensita y bainita, mientras que se detienen al encontrarse con zonas ricas en Ni [9]. Sin embargo, Carabajar et al. en [11, 12] señalan que la propagación de las grietas tiene lugar en la intercara entre diferentes microconstituyentes, de la perlita-austenita o perlita-perlita, y que al igual que en [8, 9], la austenita consume energía que no puede ser utilizada para crear o propagar microgrietas. Por tanto, la austenita se convierte en la fase que más participa en frenar el avance de las grietas, mientras que la bainita y perlita no toman un papel relevante en evitar la fractura del material. El efecto beneficioso de la austenita se ilustra en la Figura 1.10.

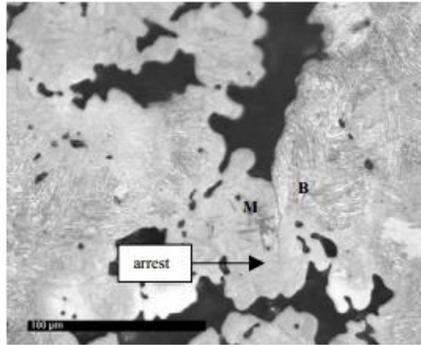


Figura 1.10. Se observa que la grieta se detiene en la zona rica en Ni, en el acero prealeado con 1,5% Mo y mezclado con 4%Ni+2%Cu+0,7%C [9]. Siendo M: martensita y B: bainita.

Bergmark et al. en [10], afirma sin embargo, que la martensita situada en las zonas ricas en Ni, es la responsable de la detención de las grietas. Como se puede ver en la Figura 1.11, una grieta que progresa entre la bainita superior y la zona rica en austenita y martensita, en los límites de dos microconstituyentes distintos, se detiene al encontrarse con la martensita situada alrededor de la zona austenítica.

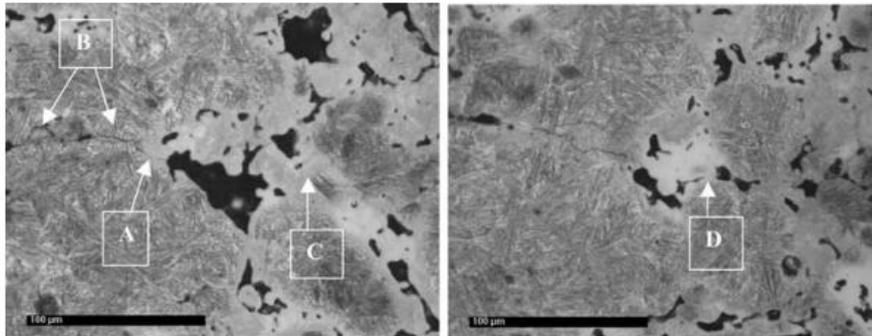


Figura 1.11. La grieta se detiene en la zona de la martensita alrededor de la austenita [10], de un acero obtenido a partir de polvos de Fe prealeados con 1,5% de Mo, y mezclado con 4%Ni, 2%Cu y 0,7%C. En las imágenes, “C” y “D” representan la misma posición pero “D” a mayor nivel de carga, “A” muestra la zona de martensita y austenita, y por último B la bainita superior.

En oposición a los trabajos anteriormente descritos, en [15, 17, 22] se afirma que la austenita no contribuye a frenar la propagación de las grietas iniciadas en los poros. Dichas grietas situadas en las zonas ricas en Ni, van a formar caminos preferenciales para el avance de las grietas formando finalmente la grieta que rompa el material. En la Figura 1.12 a) se muestra el avance de la grieta de poro a poro a travessando la austenita y por la intercara de austenita-perlita. Dichas grietas al encontrarse con zonas perlíticas en ausencia de austenita, frenan su avance, tal y como se puede observar en la Figura 1.12 b) de [15]. Por tanto, estos autores proponen que para mejorar el comportamiento a fatiga de un acero sinterizado, se debe minimizar la cantidad de Ni añadido a la aleación.

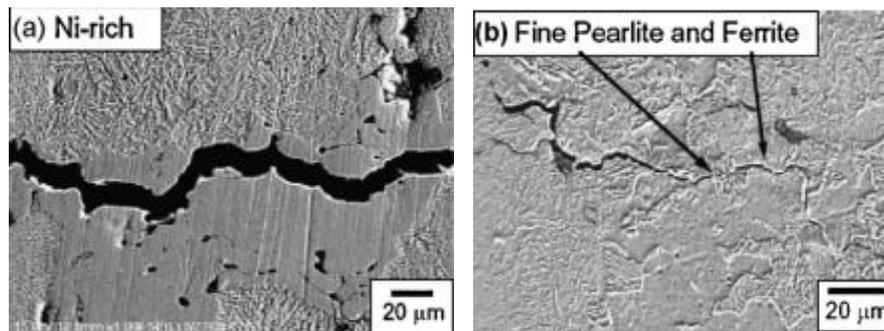


Figura 1.12. En la figura a) se aprecia la progresión de la grieta por la zona rica en austenita en un acero prealeado con Mo y aleado por difusión con 2%Ni y 0,6%C [15]. En la imagen b) se observa la detención de la grieta al encontrarse con zonas perlíticas en ausencia de austenita.

Del mismo modo, algunos autores hacen mayor énfasis en los cuellos de sinterización que en la propia microestructura, como puntos débiles y por tanto, preferentes para el progreso de las grietas [8, 13, 22]. Verdu et al. [22] proponen un modelo para calcular el nivel de tensiones acumulados en los cuellos de sinterización, y para ello, se basan en un modelo de simulación numérica. Dicho modelo de simulación calcula, mediante elementos finitos, el campo de tensiones de las grietas situadas en la austenita en las zonas de cuellos, con respecto a la grieta principal. Se observa que efectivamente, las zonas donde se encuentran los bordes de las antiguas partículas tienen peores propiedades mecánicas. Estas zonas favorecen el crecimiento de minigrietas y la unión de las mismas para formar la grieta que produce el fallo del material.

Con el objeto de explicar el papel de cada microconstituyente en la fractura de materiales sinterizados, otros autores se han apoyado en ensayos con cargas estáticas en vez de ensayos dinámicos, para poder analizar la progresión de las grietas. En particular el estudio de Wu. et al [30] resulta especialmente interesante, ya que mediante aceros como el predifundido Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C, monitoriza la progresión de la grieta observando las imágenes in-situ obtenidas por SEM a diferentes estadios de deformación. Complementa su trabajo basándose en el microanalizador de sonda de electrones EPMA para analizar la composición de las fases, por ejemplo la cantidad de Ni en las zonas de austenita. De las imágenes capturadas con SEM, se dedujo que las grietas progresan entre

los bordes de grano y entre dos fases distintas, por ejemplo, zonas límite entre la perlita y la austenita, que es atribuido a la diferencia de microdurezas entre ambas fases. Asimismo, a elevadas cargas, algunas grietas progresan a través de la perlita cuando las lamelas de la cementita son paralelas a la dirección de la tensión aplicada. Wu. et al. en este estudio, llegan finalmente a la conclusión de que las zonas ricas en Ni, particularmente aquellas en las que abundan poros y en los cuellos de sinterización, son las responsables del fallo del material. En la Figura 1.13 se expone cómo avanza la grieta en la intercara de dos fases distintas.

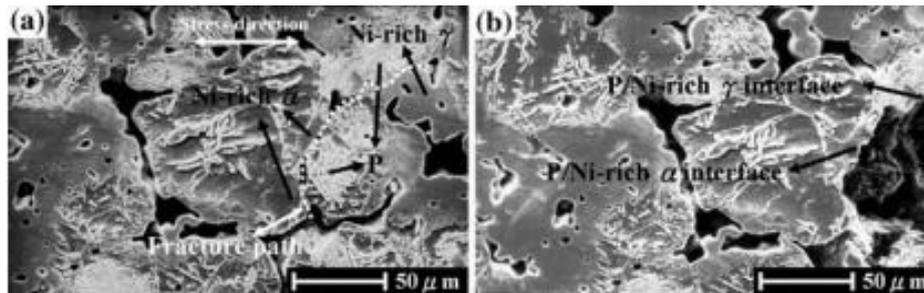


Figura 1.13. Se muestra la progresión de la grieta entre la perlita y las zonas ricas en Ni por los antiguos bordes de grano: a) 300MPa y b) 540MPa. El material utilizado: Acero obtenido a partir de polvos de Fe aleados por difusión (Fe-4Ni-1.5Cu-0.5Mo-0.5C) [30].

Carabajar et al. [11] también realizan un interesante estudio en el que, al igual que Wu et al. en [30], monitoriza el seguimiento de la grieta in-situ en SEM de un acero aleado por difusión con Cu, Mo y Ni expuesto a tracción. En dicho estudio, se extrae la conclusión de que las microgrietas también se inician en los poros, propagando en Modo I [31] de fractura y que avanza en la intercara de dos fases distintas, como ya se mencionó anteriormente. Ambos estudios [11, 30] resultan especialmente interesantes ya que la metodología seguida en ambos trabajos, se asemeja a la utilizada en este estudio.

1.3.4 Empleo de técnicas avanzadas de caracterización para estudiar la relación microestructura-propiedades

Resulta interesante relacionar las imágenes obtenidas por microscopía con técnicas de mapeado con el objeto de entender la relación microestructura-propiedades. Un ejemplo claro es llevado a cabo por Mingard y Roebuck en [32], en el que se emplea la técnica SIMM (Scanning Indentation Microhardness Machine), que mediante la extracción de medidas de dureza en las distintas regiones de la superficie, es posible identificar las distintas fases, evitando la porosidad. Se halla la distribución de durezas por determinadas regiones de un acero sinterizado obtenido a partir de polvos de Fe aleado por difusión con Mo, Ni y Cu (Distaloy AE, Höganäs AB) y un acero prealeado de Fe-Mo y aleado por difusión con Cu y Ni (Distaloy HP, Höganäs AB), y con estos datos y las imágenes obtenidas con SEM, construye un mapa de durezas como el mostrado en la Figura 1.14. Identifica las zonas más blandas con colores más oscuros, azul-negro, y colores más cálidos para las zonas más duras, y compara los resultados obtenidos de ambos aceros. Estos mapas esclarecen la relación microestructura-propiedades, ya que la dureza está asociado a las propiedades mecánicas del material. Para finalizar, refuerza su estudio con imágenes de EBSD (Electron Backscatter Diffraction Analysis).

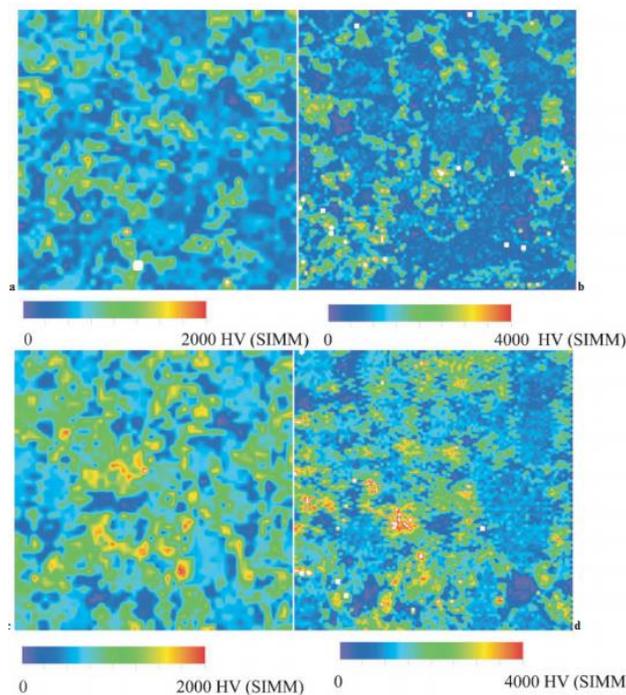


Figura 1.14. Mapeado de microdurezas más microestructuras. Las zonas más blandas son representadas como las zonas más oscuras y viceversa [32], acero aleado por difusión con Mo, Ni y Cu .

Por otra parte, Chawla et al. han llevado a cabo un interesante trabajo en el que mediante elementos finitos (FEM) simulan la evolución del daño en varias microestructuras, sometidas a cargas tanto cíclicas como estáticas con ayuda de un acero sinterizado Fe-0,85%Mo prealeado y aleado por difusión con 2% Ni. De este modo, creó un mapa de deformaciones con técnicas de simulación [13]. En este trabajo se demuestra que gran parte de la tensión acumulada se encuentra en las regiones donde abundan poros en especial en aquellos donde hay porosidad interconectada. En particular, identifica morfologías irregulares y poros poco distanciados como las variables más nocivas para el comportamiento mecánico de estos materiales. Por tanto, llegan a la conclusión de que el comportamiento mecánico del material está gobernado por los poros. En la Figura 1.15 se ilustra la malla de elementos finitos y condiciones de contorno utilizadas para el análisis de elementos finitos. En el lado izquierdo se impide el movimiento, mientras que se aplica carga en el lado derecho. Una vez aplicada la carga, se realiza un mallado en determinadas zonas para obtener información de la evolución microestructural con el aumento de cargas. Este mismo procedimiento es repetido numerosas veces con tal de obtener resultados fiables.

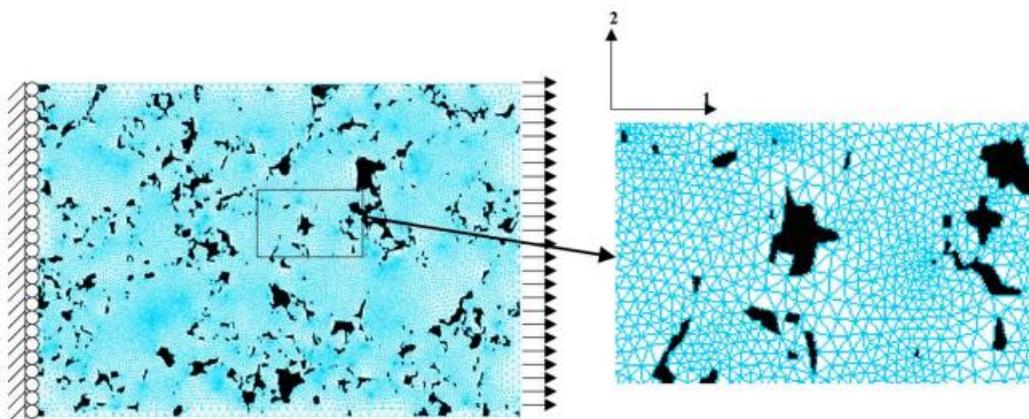


Figura 1.15. Malla de elementos finitos y condiciones de contorno empleadas para el análisis por elementos finitos [13]. Material empleado: acero sinterizado obtenido a partir de polvos de Fe prealeados con 0,85%Mo y aleado por difusión con 2%Ni y 0,6%C.

En las últimas décadas, se han aplicado técnicas avanzadas como *Digital Image Correlation* para estudiar deformaciones plásticas locales en aceros DP (dual-phase) o Q&P (quench & partinioning) [33]. A través de mapas de deformación, se examina la evolución de la deformación plástica que sufre el material en la dirección de la carga en las distintas fases, con el objeto de conocer las fases que contribuyen en mayor medida a la localización de la deformación. En estos trabajos no se han utilizado aceros sinterizados, sin embargo resulta interesante como punto de partida para futuros trabajos que utilicen esta técnica con aceros sinterizados.

2. MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

Numerosos estudios se han centrado en explicar el camino preferencial de la progresión de la grieta en los aceros sinterizados de baja aleación sometidos a ensayos mecánicos. La razón de dicho interés reside en la necesidad de mejorar las propiedades mecánicas de los aceros sinterizados con el objeto de mantener y extender su competitividad en industrias como la del automóvil.

Identificar las fases que contribuyen en mayor medida a la deformación plástica del material y las fases que inhiben la progresión de la grieta, resulta muy interesante pues permite mejorar la calidad de esta familia de aceros en términos de propiedades mecánicas. Conocer la contribución de cada microconstituyente en la localización de la deformación plástica y su aportación en la progresión de la grieta, permitiría adecuar el diseño de la composición al nivel de tensión al que va a estar expuesto el material en servicio.

Con el fin de esclarecer la contribución de la microestructura en aceros sinterizados de baja aleación, este estudio plantea la utilización de técnicas ya consolidadas en aceros convencionales. En concreto, a partir de la correlación de imágenes digitales (DIC), en combinación con las técnicas: análisis de la superficie de fractura y la monitorización *in-situ* de la progresión de la grieta en un microscopio electrónico de barrido (SEM), cuando el acero se encuentra sometido a una carga uniaxial.

El principal objetivo de este proyecto reside en obtener un mayor conocimiento de la contribución de los diferentes microconstituyentes en los mecanismos de fractura y evolución de las deformaciones plásticas locales de los aceros sinterizados seleccionados.

En la Figura 2.1 se representa un esquema de los aspectos a analizar para la consecución de dicho objetivo.

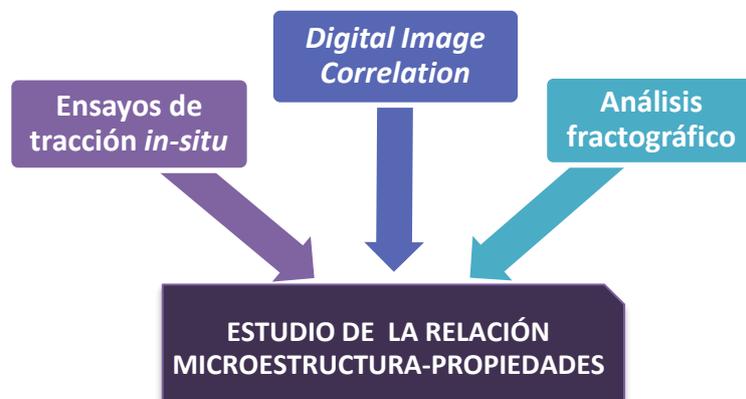


Figura 2.1. Esquema del procedimiento empleado para la consecución del objetivo

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 ESQUEMA DEL PROCESO EXPERIMENTAL

Para la consecución de los objetivos, se realizará en primer lugar la caracterización de los materiales. Una vez consolidados los materiales, se llevan a cabo ensayos mecánicos a tracción en micromáquina y ensayos in-situ en SEM para monitorizar los distintos cambios en la microestructura a medida que aumenta la deformación. A partir de las imágenes obtenidas a distintos niveles de deformación, se realizará un examen visual de las distintas imágenes, de las superficies de fractura y por último, se utilizará el software Digital Image Correlation (DIC), que permite detectar cambios en la deformación plástica local asociados a las fases presentes.

En la Figura 3.1 se muestra un esquema general del proceso experimental seguido en el desarrollo de este proyecto:

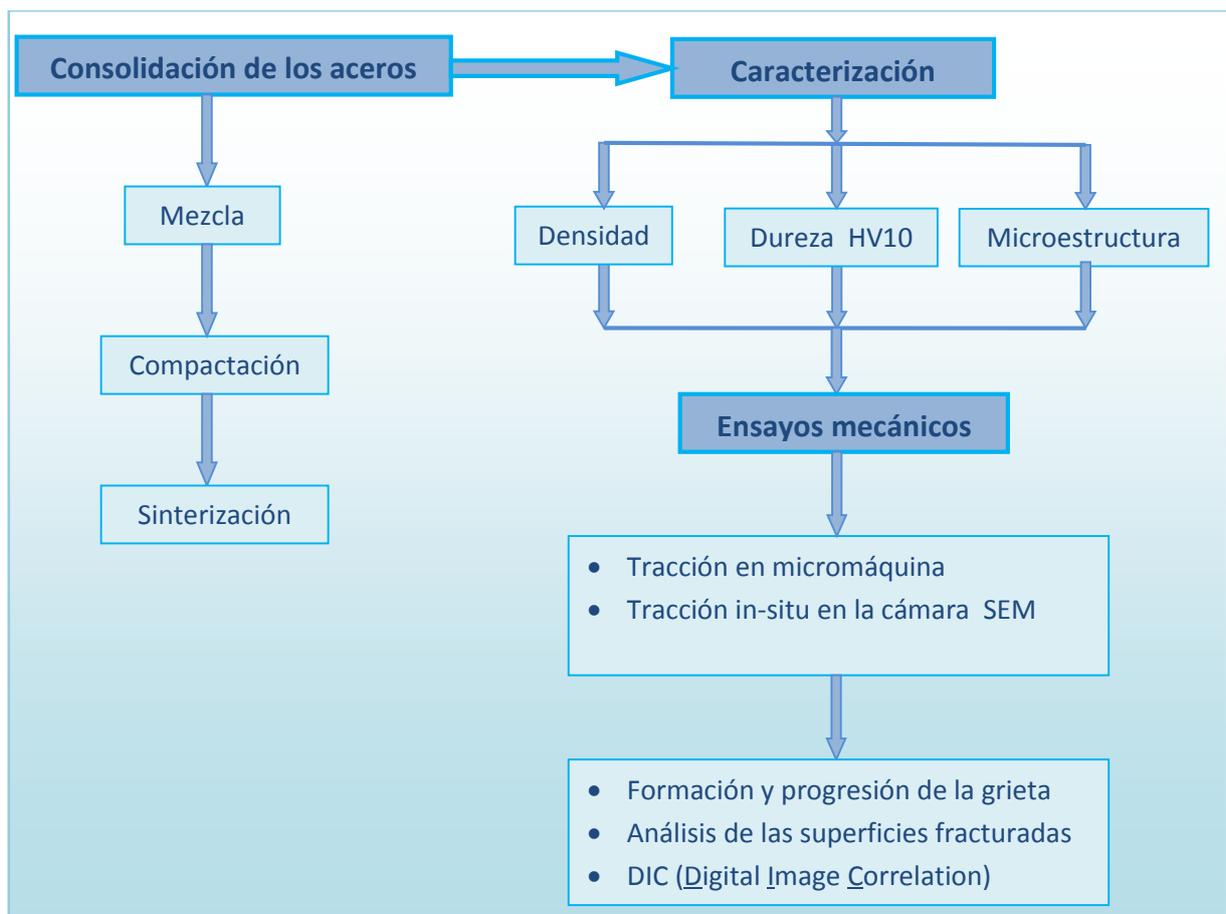


Figura 3.1. Esquema del proceso experimental

3.2 MATERIALES

En este proyecto, se han utilizado materiales obtenidos por técnicas pulvimetalúrgicas a partir de polvos comerciales base Fe.

Se estudian los siguientes materiales: polvo de hierro atomizado en agua, polvo de Fe prealeado con Mo atomizado en agua, polvo de Fe aleado por difusión con Mo, Ni y Cu y polvo prealeado de Fe-Mo y aleado por difusión con Cu y Ni. En la Tabla 3.1 se detalla la composición de cada uno de los polvos, que han sido suministrados por Höganäs AB, Suecia.

ALEACIÓN	Nombre Comercial	Ni %	Cu %	Mo %
Polvo de Fe atomizado	ASC 100.29	-	-	-
Polvo de Fe prealeado con Mo	Astaloy Mo	-	-	1,5
Polvo de Fe aleado por difusión con Cu, Mo y Ni	Distaloy AE	4	1,5	0,5
Polvo prealeado de Fe-Mo y aleado por difusión con Cu y Ni	Distaloy HP1	4	2	1,4

Tabla 3.1. Composición de los materiales utilizados en este estudio, suministrados por Höganäs AB, Suecia. Los porcentajes se expresan en peso (wt. %)

En la Tabla 3.2 se detallan las características físicas de las cuatro calidades de polvo suministradas por el fabricante Höganäs AB, Suecia.

MATERIAL	Densidad aparente (g/cm³)	Flujo (sec/50g)	Densidad verde 600MPa (g/cm³)
ASC100.29	3	25	7,2
Astaloy Mo	3	26	7,1
Distaloy AE	3,1	26	7,2
Distaloy HP1	3,1	24	7,1

Tabla 3.2. Características físicas de los polvos proporcionadas por el fabricante Höganäs AB, Suecia

3.3 CONSOLIDACIÓN DE LOS ACEROS

3.3.1 Mezcla

En primer lugar se procede a realizar la mezcla del polvo comercial con el grafito. Se añade un 0,7% (% wt.) de grafito en mezcla.

La mezcla tuvo lugar en una mezcladora tipo túbula. Para homogeneizar la mezcla, se añadieron bolas de acero dentro del recipiente que contenía la mezcla.

Las características del grafito se muestran en la Tabla 3.3:

Grafito	Tamaño de partícula (μm)	Densidad	Fabricante
	$d_{90}=40\mu m, d_{50}=18\mu m$	2,24 g/cm ³	ISTAM

Tabla 3.3. Características físicas del polvo de grafito

3.3.2 Compactación

En esta etapa, se consolida el polvo en la forma deseada, que en este caso serán piezas en forma cilíndrica de 16 mm de diámetro. Para ello se vertió el polvo en la matriz previamente lubricada con estearato de zinc, en una prensa uniaxial de doble efecto. La presión de compactación fue de 750 MPa.

3.3.3 Sinterización

La sinterización se llevó a cabo en un horno tubular a 1150°C, durante 30 min y en una atmósfera de N₂-10%H₂-0,1%CH₄. La velocidad de calentamiento fue de 5°C/min, siendo el enfriamiento dentro del horno.

3.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEROS SINTERIZADOS

3.4.1 Densidad del sinterizado

La medida de la densidad se hizo mediante el método de Arquímedes siguiendo la norma UNE-EN ISO 2738:2000 [34]. Para ello, se emplea la fórmula expresada en la Ecuación 3.1:

$$\rho_{Arquimedes} = \frac{M_a}{\left(\frac{M_b - M_c}{\rho_{H_2O}}\right) - \left(\frac{M_b - M_a}{\rho_{sellante}}\right)} \quad \text{Ecuación 3.1}$$

Siendo $\rho_{H_2O} = 1g/cm^3$ y $\rho_{sellante} = 1,2g/cm^3$, M_a la masa en seco de material sin laca, M_b la masa al aire de material lacado y M_c la masa en agua de material lacado.

3.4.2 Caracterización microestructural

En primer lugar, se cortaron fragmentos de cada acero y se embutieron en una embutidora STRUERS Labopress-3 utilizando una resina conductora.

La preparación metalográfica se realizó según el procedimiento convencional [35]. Una vez embutidas las muestras, se procede al desbaste de las mismas. Las muestras fueron desbastadas con lijas de carburo de silicio con una granulometría desde 180 hasta 1000, pasando cada muestra por todas las lijas sucesivamente. A continuación, se empleó un método de pulido con alúmina hasta un acabado de $0,3 \mu m$ y ataque con Nital 2%.

3.4.3 Dureza aparente

Se hicieron medidas de dureza Vickers con un peso HV10, durante 10 segundos siguiendo la norma UNE-EN ISO 6507-1:2006 [36]. Para ello, se cortaron distintos fragmentos de muestra de cada material con una superficie completamente lisa y se embutieron. Se realizaron 4 indentaciones por cada material, dando lugar a una huella como la que se muestra en la Figura 3.2, y finalmente se halló el valor medio. Las mediciones se realizaron con ayuda del equipo Wilson Wolpert, modelo 930.

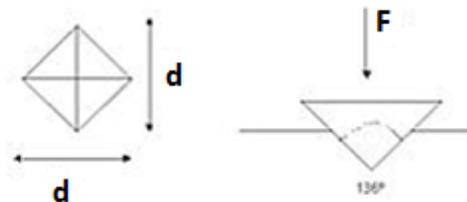


Figura 3.2. Huella del indentador Vickers

La dureza Vickers se obtiene a partir del valor calculado mediante la Ecuación 3.2 donde se introduce el valor de las distintas medidas de la huella.

$$HV = \frac{2F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} = \frac{1,854F}{d^2} \quad \text{Ecuación 3.2}$$

3.5 ENSAYOS MECÁNICOS DE TRACCIÓN CON MICROMÁQUINA

Se realizaron dos tipos de ensayos a tracción: ensayos a tracción en micromáquina y ensayos in-situ en la cámara del microscopio electrónico de barrido (SEM).

3.5.1 Probetas

La geometría y el tamaño de las probetas se ha diseñado específicamente para este trabajo de tal manera que favorezca la rotura de las mismas por la sección central y facilitar así el análisis.

Se han mecanizado micro-probetas a partir de los discos mediante electro-erosión por hilo, conforme a las dimensiones mostradas en la Figura 3.3 cuya fractura debería de tener lugar de forma preferentemente en la sección central, de ancho de 0,4mm.

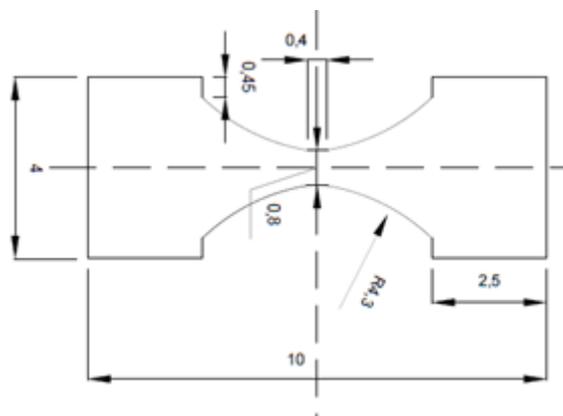


Figura 3.3 Esquema de las micro-probetas, cuyo espesor está expresado en mm

3.5.2 Ensayos de tracción en micromáquina

Los ensayos a tracción se llevaron a cabo en el Instituto Imdea Materiales en una micromáquina modelo Kammarath and Weiss a temperatura ambiente a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} hasta la ruptura final de las probetas. Se ha practicado un ensayo por cada probeta cuya curva de fuerza-desplazamiento fue registrada. Con esos datos, se ha obtenido la curva tensión-deformación de cada material, mediante la cual se calcula el límite elástico, la resistencia a tracción y el alargamiento a rotura de cada acero.

Se repitió el mismo ensayo de tracción en micromáquina sin paradas para llevar a cabo el estudio de fractografía en un microscopio SEM (SEM EVO MA15).

3.5.3 Ensayos de tracción in-situ

Conocida la resistencia a tracción y el nivel de deformación de cada uno de los aceros, se hicieron los ensayos a tracción in-situ con la ayuda del microscopio de barrido electrónico (SEM). El equipo utilizado fue un SEM EVO MA15 en el Instituto Imdea Materiales, con un voltaje de 15 kV. El funcionamiento de SEM se describe brevemente a continuación.

El microscopio electrónico de barrido (SEM) hace incidir un haz de electrones sobre la muestra. Para ello, se establece una diferencia de potencial de 1-50 kV entre el cátodo (filamento caliente de wolframio) y el ánodo colocado en el cañón. Con un sistema de lentes magnéticas, condensadoras y de enfoque, se hace incidir el haz de electrones haciendo diferentes barridos lineales en X y en Y sobre la superficie de la muestra.

Al incidir este haz de electrones sobre la superficie, los electrones incidentes chocan con la superficie de la muestra interaccionando con ella y permitiendo la emisión de electrones electrodispersados, electrones secundarios y radiación electromagnética correspondiente a la región de rayos X característicos de cada tipo de acero. Dichos electrones son captados con detectores y con esta información, el ordenador muestra imágenes de la emisión producida por los electrones secundarios (SE) y las mismas de electrones retrodispersado (BSE). La primera resulta más útil para analizar la morfología y topografía de las muestras y la segunda para estudiar la composición de las mismas. Sin embargo, en este proyecto, resultaron más interesantes las imágenes de electrones secundarios, que daban más información sobre las fases y microconstituyentes a cada nivel de tensión vs deformación. Véase [37] para mayor información sobre el funcionamiento del SEM.

En la Figura 3.4 se puede apreciar el equipo utilizado y el posicionamiento de la probeta. Las mordazas de la micromáquina acoplada a SEM, sujetan las probetas por los dos extremos de la misma dejando libre la parte de mayor interés, el cuello de la probeta.

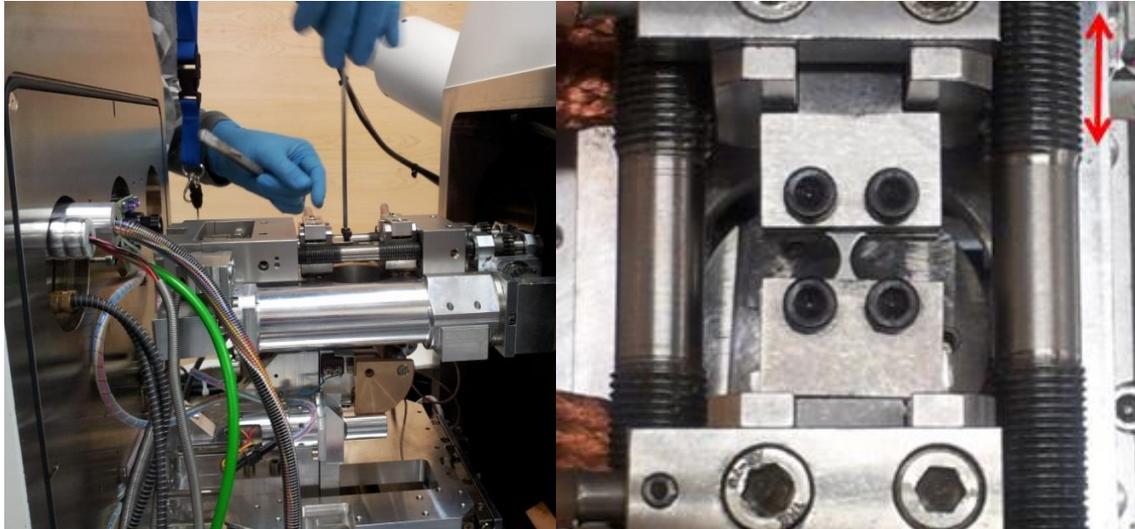


Figura 3.4 Imágenes de la micromáquina acoplada al SEM para la realización de los ensayos de tracción “insitu”

La dirección de la carga con la que se somete a tracción a los materiales, es perpendicular a la progresión de la grieta, tal y como se indica en la Figura 3.4 con una flecha.

Este ensayo se hizo de dos maneras distintas: in-situ sin descarga e in-situ de carga y descarga.

a) Ensayo in-situ sin descarga

Se realizan paradas periódicas para captar fotos aproximadamente cada 30N en base a la resistencia última calculada a partir de los ensayos a tracción en micromáquina. La velocidad del ensayo fue de 10^{-3}s^{-1} . En cada parada se toman imágenes con el fin de monitorizar cambios en la microestructura a medida que incrementa el nivel de deformación en el acero. Las paradas se hicieron más frecuentes al ver el primer signo de fractura, para una monitorización más detallada de este fenómeno. En la Figura 3.5, se puede ver una de las curvas tensión-deformación obtenida.

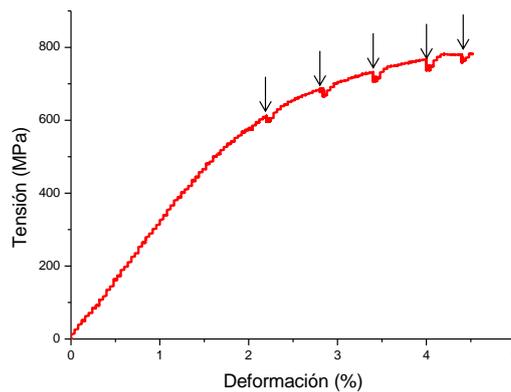


Figura 3.5 Ensayo in-situ sin descarga

b) Ensayo in-situ de carga y descarga

Durante los ensayos se aplica el nivel de fuerza suficiente hasta alcanzar un nivel de deformación determinado y a continuación se descarga. Este procedimiento de carga y descarga se ha realizado repetidamente con la finalidad de obtener imágenes con diferentes niveles de deformación plástica que sirvan para el programa DIC (Digital Image Correlation), explicado en el siguiente punto. Se expone a modo ejemplo la Figura 3.6 obtenida a partir de uno de los aceros.

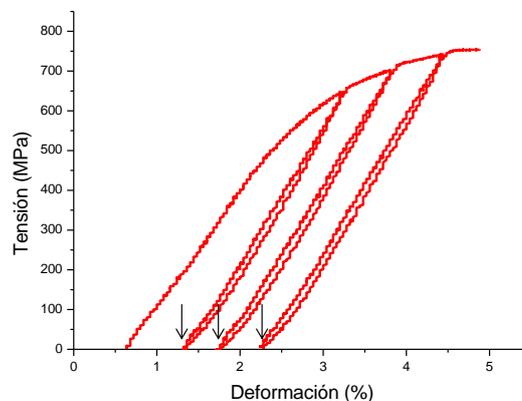


Figura 3.6 Ensayo in-situ de carga y descarga

Análisis de la deformación

En este estudio se hizo uso la técnica DIC (Digital Image Correlation). La Correlación Digital de imágenes permite mediante un análisis de correlación matemática, procesar una sucesión de Imágenes en escala de grises que han sido expuestas a varios niveles de deformación, y detectar los cambios que ha sufrido el material [33, 38].

El motivo por el cual se escoge esta técnica en este trabajo, es comprender las transformaciones que se han producido en la microestructura debido a la deformación de las distintas fases. Se pretende entender la distribución de las deformaciones en los aceros y discernir que fases en concreto son las responsables de absorber la energía acumulada cuando el material es tensionado. Para la consecución de estos objetivos, se utiliza el software VIC-2D 2009 (VicNAP, Correlated Solutions Inc.) y las imágenes de electrones secundarios obtenidas en los ensayos in-situ de carga y descarga en SEM.

Esta técnica comienza comparando una imagen inicial sin carga con una serie de imágenes capturadas durante el proceso de deformación del material. Para ello, DIC basa su cálculos en las diferencias de tonalidades en las imágenes, que en el caso de los aceros sinterizados son propiciadas por las diferencias microestructurales (matriz, poros, fases, inclusiones etc.). Al aplicar un nivel de tensión determinado al material, estas diferencias microestructurales experimentan un ligero desplazamiento con respecto a la imagen inicial (sin deformación). Estas diferencias son localizadas por el software y mediante la correlación de todos los patrones con respecto a los patrones de la imagen inicial, genera el mapa de distribución de deformaciones tal y como se ve en la Figura 3.7. Se entiende como patrones, píxeles de la imagen que DIC selecciona en un área determinada para establecer la correlación [33, 38].

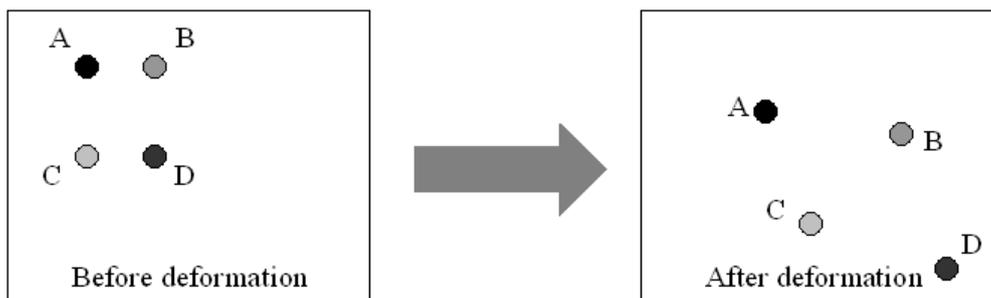


Figura 3.7 Correlación de patrones de imagen inicial con respecto a la deformada DIC calcula las diferencias entre los patrones de la imagen inicial con respecto a la deformada y hace una correlación para determinar la deformación alcanzada [38].

A continuación se expone brevemente las bases de los principios técnicos en los que se basa DIC [39, 40]. Este software toma la posición de un patrón arbitrario i de una imagen no deformada y lo expresa en forma de coordenadas X_i . Dicho patrón es desplazado en la imagen deformada tomando un nuevo valor y definiendo la coordenada x_i . Ambas coordenadas se relacionan con la Ecuación 3.3, siendo U_i el vector de desplazamientos.

$$x_i = X_i + U_i$$

Ecuación 3.3

Esta relación entre el patrón inicial con respecto al desplazado es extrapolado a un conjunto de patrones. El software realiza la correlación de varios patrones a la vez, y esta agrupación de patrones define un área llamada *subset*. Teniendo en cuenta que al deformar el material, el *subset* sufre un desplazamiento pero no un cambio de tonalidad de grises. Esta tonalidad de grises inherente a esta porción de área permite al software identificar el área de estudio en la imagen deformada. Definiendo $G(x)$ y $g(x)$ como la intensidad de grises del *subset* en la imagen inicial y en la imagen deformada respectivamente, es posible rastrear el desplazamiento de cada patrón del *subset* identificando el campo de desplazamientos que minimice la función residual C mostrada en la Ecuación 3.4:

$$C(X, x) = 1 - \frac{\Sigma G(X)g(x)}{\sqrt{\Sigma G(X)^2 g(x)^2}}$$

Ecuación 3.4

El cálculo del desplazamiento dentro del *subset* empieza por el patrón inicial y se desplaza por a lo largo de la dirección x e y . La longitud del desplazamiento para realizar el siguiente cálculo es fijada por el usuario en el campo (*step size*), al igual que el tamaño del *subset* en función de la resolución con la que se quiera trabajar. Cuando el software ha realizado el campo completo de deformaciones, genera el mapa de deformaciones haciendo uso de la mecánica lagrangiana. Dicho mapa de deformaciones expresa las deformaciones plásticas experimentadas en las distintas fases con un código de colores explicado en más detalle en el epígrafe 4.3.

En este proyecto, se representan los valores de deformación en el eje de ordenadas ϵ_{yy} . El tamaño del *subset* seleccionado es 55x55 y 80x80 píxeles con un *step size* 5 que asegura resultados fiables. En la Figura 3.8 se expone un ejemplo de uno de los mapas de deformaciones.

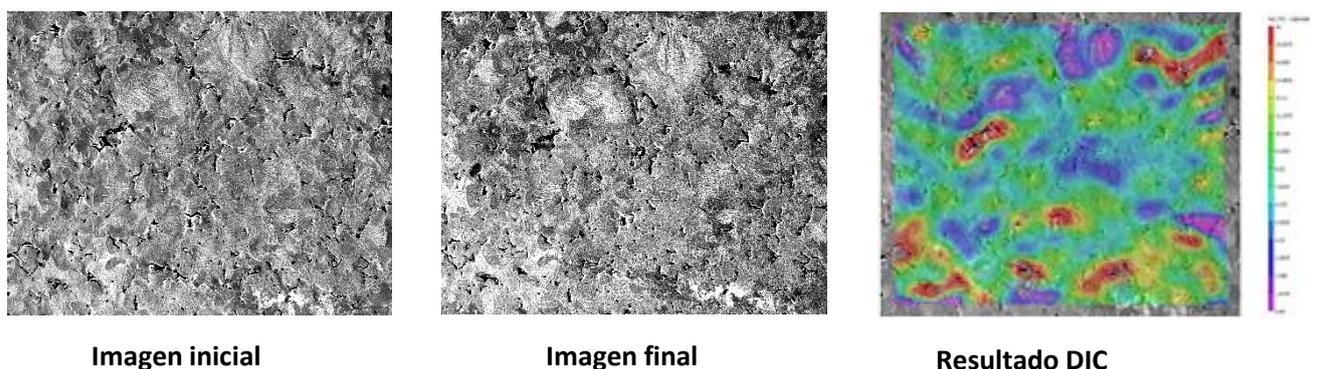


Figura 3.8. Ejemplo de mapa de deformaciones por DIC del acero Fe-C. Se muestra la imagen inicial sin deformación, la imagen final del material fracturado y el mapa de deformaciones basándose en la imagen final.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En primer lugar se realiza un estudio microestructural que permite caracterizar los aceros de partida. A continuación se exponen las propiedades mecánicas de los materiales obtenidas mediante ensayos a tracción en micromáquina y se procede al análisis de resultados en el que se emplean las tres técnicas mencionadas: estudio de la nucleación y progresión de las grietas, monitorizando los distintos cambios en la microestructura con SEM y en conjunción con un análisis de la superficie de fractura de los materiales fracturados y análisis de la deformación con DIC.

4.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LOS ACEROS SINTERIZADOS

El uso de diferentes polvos base Fe ha propiciado la obtención de microestructuras muy diferentes que se detallan en la Figura 4.1. La densidad de estos aceros se encuentra en torno a $7,3 \text{ g/cm}^3$.

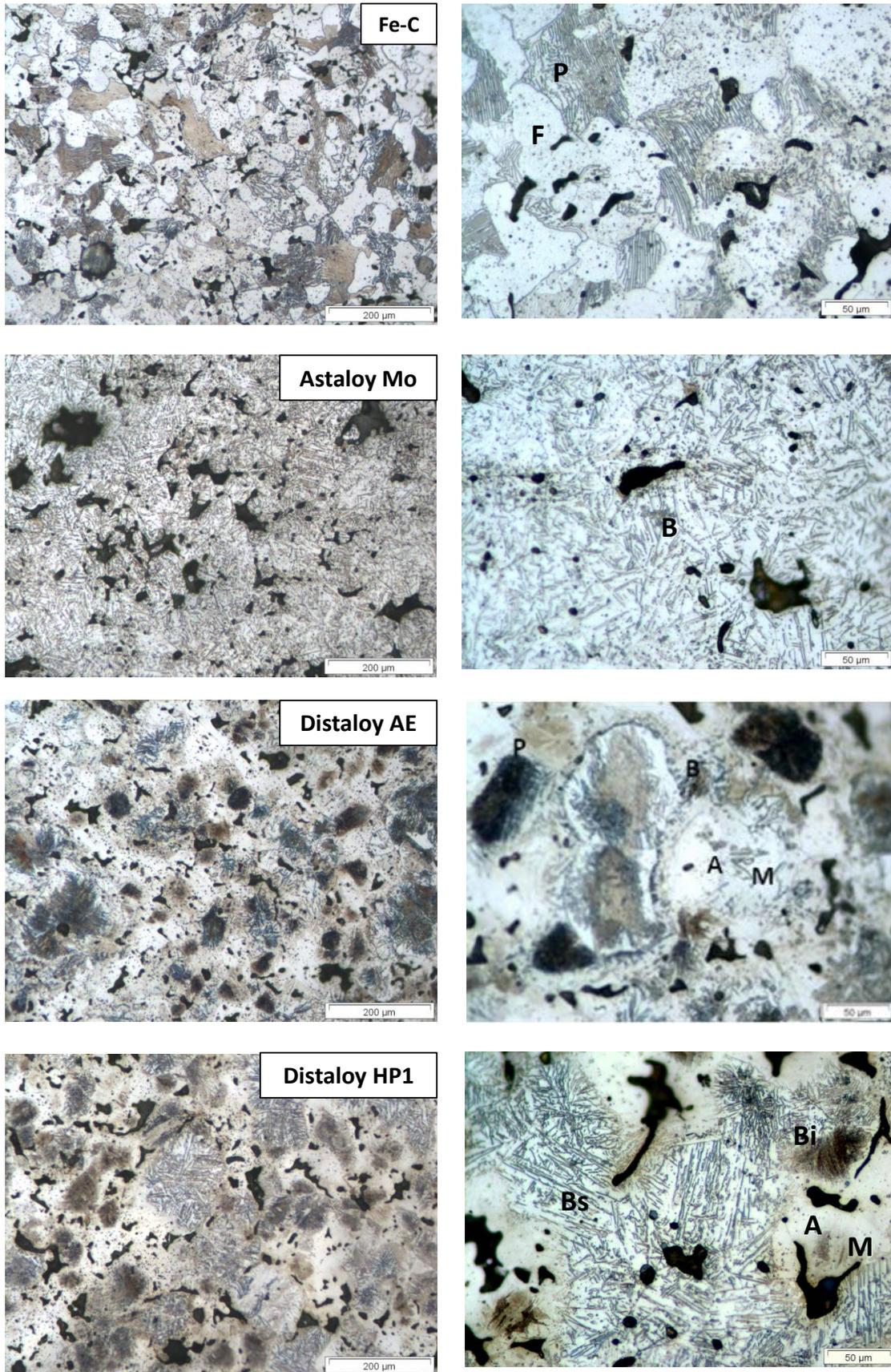


Figura 4.1 Microestructuras de los aceros indicados. Las letras: P,F, B, A,M, Bs y Bi, significan perlita, ferrita, bainita, austenita, bainita superior y bainita inferior respectivamente

El acero al carbono Fe-C (ASC 100.29, suministrado por Höganäs AB) presenta una microestructura formada por perlita fina y gruesa y ferrita. Los poros presentes son de morfología irregular y redondeada, y se encuentran distribuidos de forma heterogénea.

El acero prealeado con Mo, Astaloy Mo suministrado por Höganäs AB, presenta una microestructura bainítica (bainítica granular). Los poros observados en la microestructura son de morfología irregular y espaciados de manera heterogénea.

Las microestructuras más heterogéneas se observan en el caso de los dos aceros restantes, como consecuencia del método de aleación empleado. El primero de estos aceros es un acero aleado por difusión con Mo, Ni y Cu, denominado Distaloy AE suministrado por Höganäs AB. En la microestructura del Distaloy AE se pueden distinguir zonas de perlita (P) y ferrita, zonas de bainita inferior (B) y martensita (M) y austenita retenida (A) como consecuencia de una concentración mayor de elementos de aleación en estas zonas.

Por último, el acero prealeado con Mo y aleado por difusión con Cu y Ni, el Distaloy HP1 suministrado por Höganäs AB, presenta una microestructura parecida a la del Distaloy AE, pero al ser un prealeado de Fe-Mo, las zonas de perlita y ferrita desaparecen dando paso preferentemente a bainita inferior (Bi) y fases de bainita superior (Bs). Además, se aprecian otras fases como la martensita (M) y austenita retenida (A), como consecuencia de la adición de Cu y Ni.

4.2 COMPORTAMIENTO DE LOS MATERIALES A TRACCIÓN

4.2.1 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de los aceros se evalúan a partir de curvas de tensión-deformación. En la Figura 4.2 se muestra un ejemplo de curva tensión-deformación obtenida en los ensayos a tracción en micromáquina realizados con probetas de geometría y forma indicada en la (Figura 3.3). Aunque el objetivo de estos ensayos no es la caracterización mecánica de los aceros, las curvas muestran el comportamiento mecánico esperado en cada caso. Cabe destacar la excelente combinación de resistencia y ductilidad de los Distalloys, frente a Fe-C o Astaloy Mo, en los que una mejora de la resistencia lleva asociado la pérdida de ductilidad o viceversa.

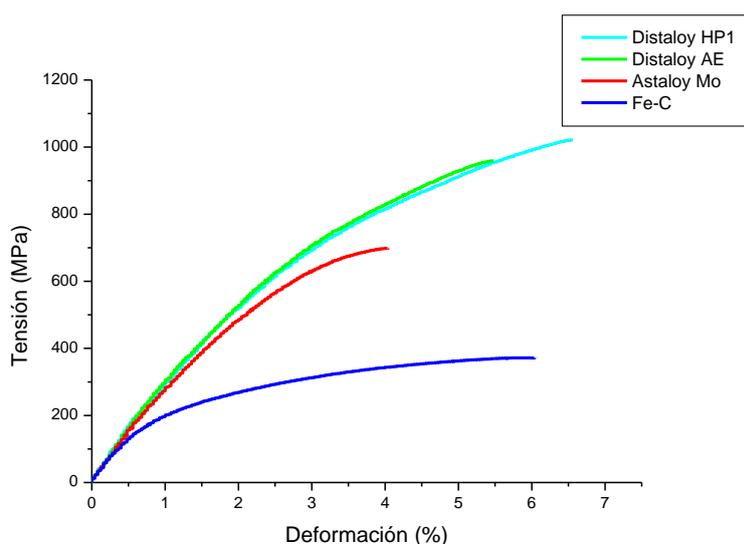


Figura 4.2 Gráficas Tensión-Deformación

Los resultados obtenidos de los ensayos se muestran en la Tabla 4.1, donde se exponen los valores del límite elástico, resistencia a tracción y ductilidad. Dichas propiedades mecánicas se asemejan a las proporcionadas por el fabricante (Höganäs AB, Suecia) en [41], que se recogen en la Tabla 4.2.

MATERIAL	σ_y(MPa)	σ_R (MPa)	ϵ_R (%)	Dureza (HV10)
Fe-C	240	372	5,8	138 \pm 7
Ast. Mo	500	690	4	212 \pm 8
Dist. AE	675	985	6,3	238 \pm 18
Dist. HP1	725	1029	5,7	287 \pm 13

Tabla 4.1. Características mecánicas experimentales de los materiales. Límite elástico (σ_y), tensión a tracción (σ_R) y deformación a rotura (ϵ_R) y dureza (HV10).

MATERIAL	σ_y(MPa)	σ_R (MPa)	ϵ_R (%)	Dureza (HV10)
Fe-C	220	330	6	150
Ast. Mo	490	670	3	220
Dist. AE	445	820	3,7	250
Dist. HP1	585	950	1,8	300

Tabla 4.2. Características mecánicas teóricas de los materiales proporcionadas por Höganäs. Límite elástico (σ_y), tensión a tracción (σ_R) y deformación a rotura (ϵ_R) y dureza (HV10).

Se debe remarcar que estos ensayos han sido realizados con probetas cuya dimensión es mucho más pequeña que las probetas convencionales y además la sección central es más estrecha (Figura 3.3). Tal y como se indica en [42] al reducir el espesor y ancho de las probetas, las propiedades mecánicas sufren modificaciones. Por este motivo, muestran un comportamiento más frágil a nivel macro y ofrecen valores de módulo de Young modificados con respecto a los teóricos. Los valores de deformación y resistencia obtenidos en estos ensayos sirven de referencia para definir las paradas durante los ensayos in-situ posteriores.

4.2.2 Estudio de la nucleación y progresión de las grietas

Uno de los principales objetivos es la monitorización de la nucleación y crecimiento de grietas con SEM. En la Figura 4.3 se expone la progresión de la grieta en el caso del Astaloy Mo durante los ensayos a tracción in-situ. Debido a la baja ductilidad de este acero, no se advierten apenas cambios a medida que aumenta la deformación. La progresión de grietas a alta magnificación se recoge en la sección “Anexo”.

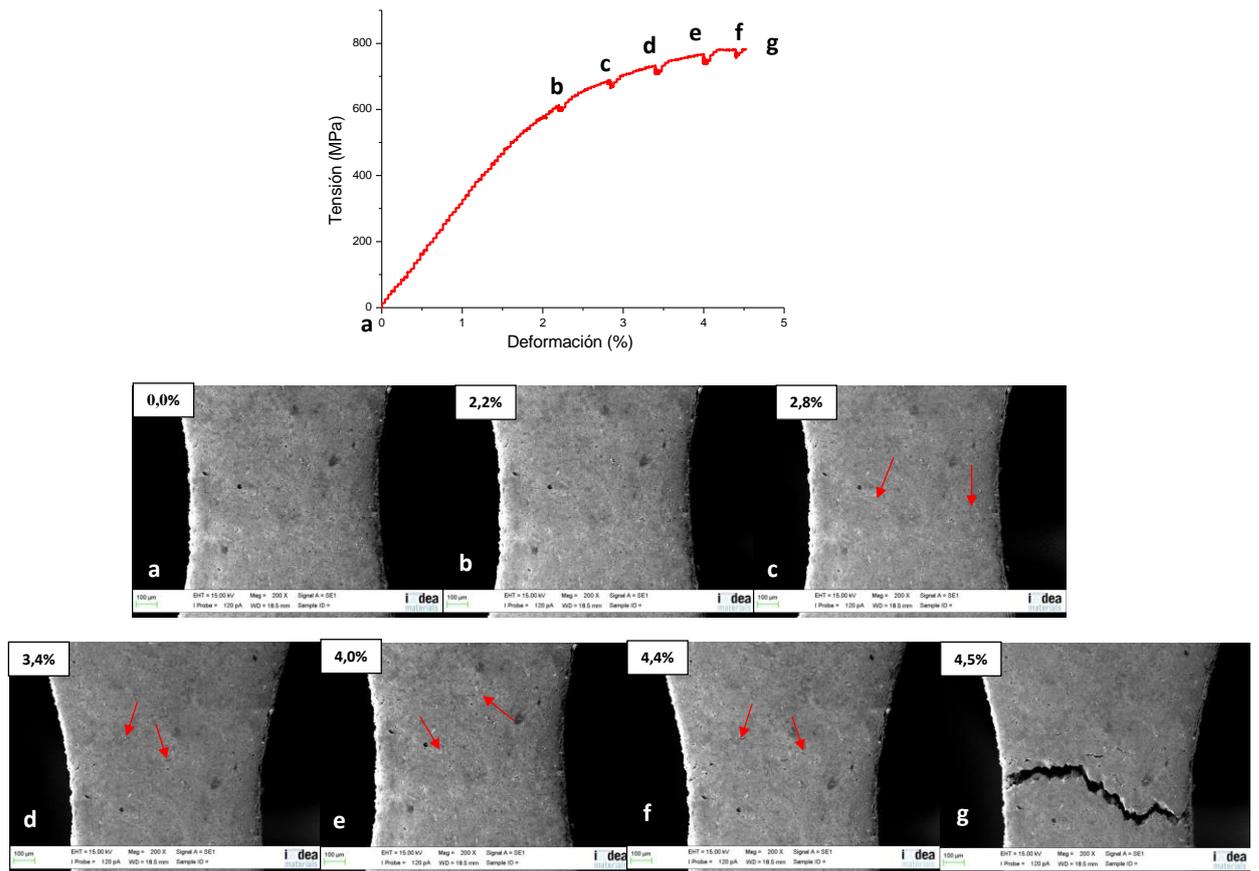


Figura 4.3. Estudio de la grieta del Astaloy Mo durante el ensayo a tracción in-situ
Las flechas indican por donde aparecen las grietas.

A continuación se realiza una inspección visual de la nucleación y evolución de las grietas en los distintos materiales basándose en las imágenes obtenidas durante el ensayo a tracción in-situ y las tomadas de la superficie de fractura con el microscopio SEM. .

a) Acero al carbono: Fe- C

La evolución microestructural del acero Fe-C durante el ensayo in-situ se muestra en la Figura 4.4. Los poros de morfología más irregular y alargada se convierten en los puntos de inicio de las primeras micro-grietas. A medida que el nivel de tensión aumenta, los poros situados en la matriz ferrítica se deforman adquiriendo mayores dimensiones. Las grietas cuyo punto de partida son los poros, propagan rápidamente a los poros. Se observa que el camino de avance preferencial en este acero es de poro a poro, por la matriz ferrítica y por las intercaras ferrita-perlita.

En ocasiones, el avance de las grietas se detiene al encontrarse con la perlita, y la bordean avanzando a través de la ferrita y esto es debido a que las lamelas de cementita ofrecen mayor resistencia que la matriz ferrítica. Del mismo modo, se pueden observar deformaciones plásticas acusadas, indicadas en las imágenes a 6,2% y 6,4% en torno a los poros rodeados de ferrita.

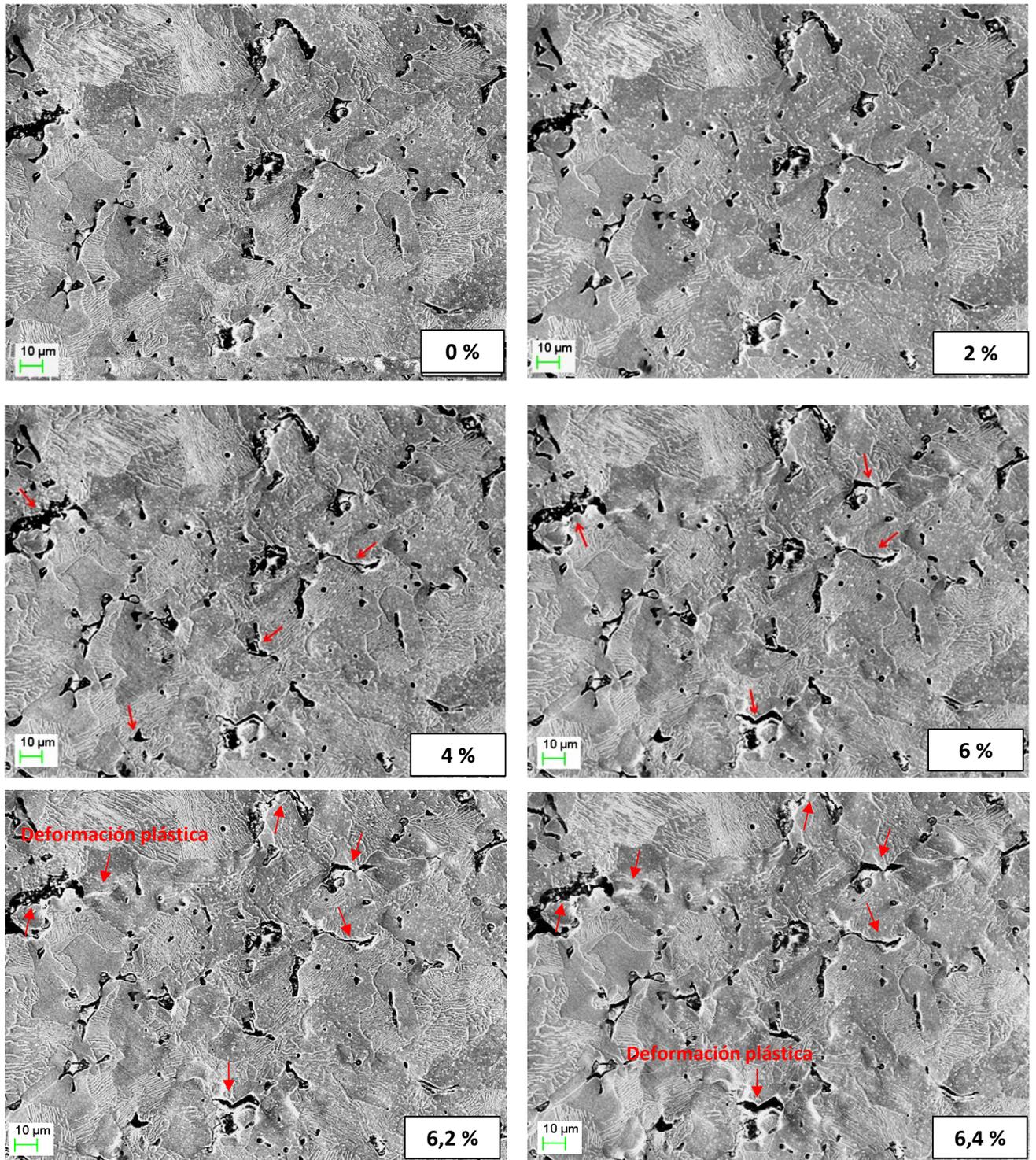


Figura 4.4. Evolución microestructural del Fe-C. En cada imagen se indica el nivel de deformación al que se encuentra expuesto el material. Las flechas señalan el crecimiento de microgrietas.

El análisis de las microestructuras ofrecidas en la Figura 4.4, donde se expone el camino de la grieta justo en la grieta final, corrobora que el camino preferencial de la propagación de la grieta se produce por la intercarra de la perlita-ferrita y de poro a poro. Sin embargo, una vez alcanzada la deformación máxima, en algunos casos aislados se puede observar que la grieta avanza a través de la perlita. Esto es debido a que alcanzado un nivel de tensión muy elevado, el material rompe rápidamente, y si la grieta se encuentra longitudinalmente con las lamelas de la cementita de una perlita, progresará por el medio de la perlita. En la Figura 4.5 se muestra la superficie de fractura completa y en la Figura 4.6 una detalle de la grieta final a mayores aumentos.

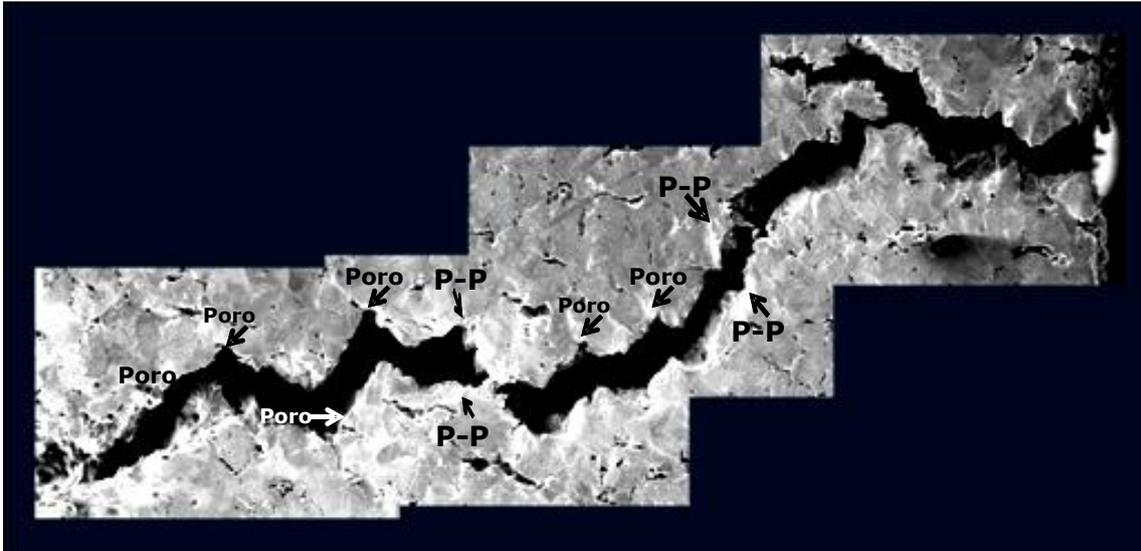


Figura 4.5. Grieta final del Fe-C. Se indica con “P-P” cuando rompe por la perlita

En base a las observaciones realizadas, los caminos preferenciales del avance de las grietas en el acero al carbono se han modelizado, y se esquematizan en la Figura 4.7. Tal y como se mencionó anteriormente, el camino prioritario es de poro a poro a través de la ferrita, en especial por aquellos poros de morfología más irregular y de mayores dimensiones, y por la intercarra ferrita-perlita.

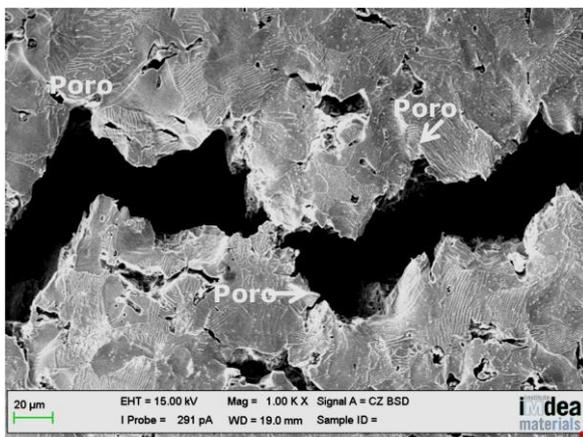


Figura 4.6. Camino de rotura a mayores aumentos del Fe-C.

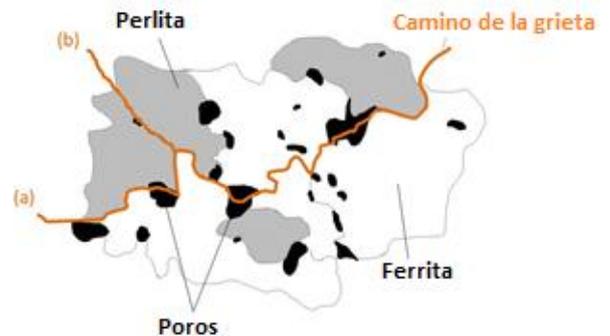


Figura 4.7. Modelo propuesto de camino de rotura del Fe-C.

Para confirmar los mecanismos de fractura observados en la caracterización in-situ se hace uso de los mecanismos de fractura descritos en fractografía. La superficie de fractura del acero al carbono Fe-C se muestra en la Figura 4.8.

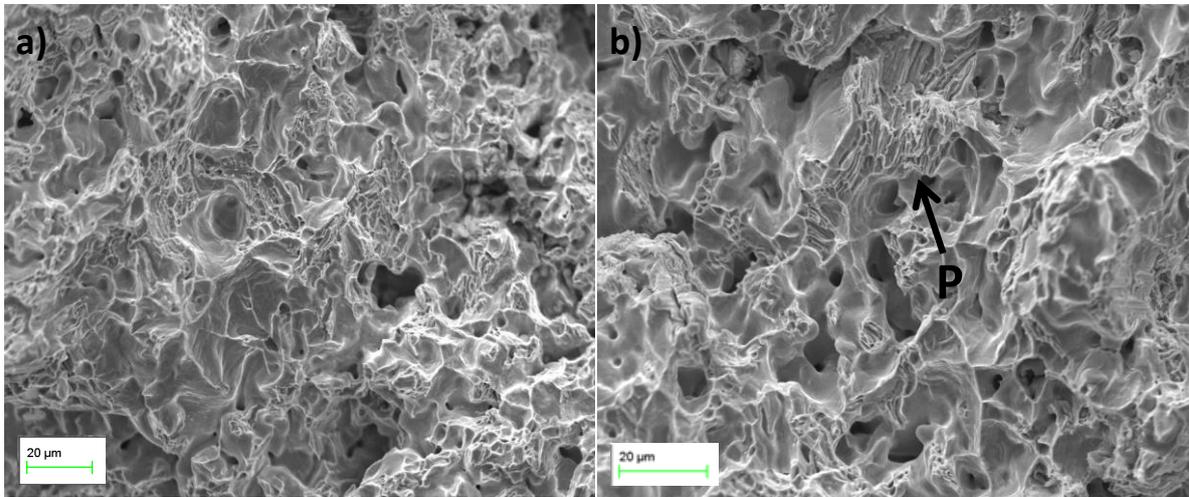


Figura 4.8 Superficie de fractura del acero Fe-C, donde “P” indica una zona de microcavidades características de la perlita.

El micromecanismo fundamental observado de fractura es: fractura dúctil caracterizada por la presencia de microcavidades. Las microcavidades están relacionadas con el fallo de la ferrita y la perlita en modo dúctil. Dichas microcavidades, tienen por lo general una morfología alargada lo que confirma la deformación plástica elevada que adquiere este microconstituyente antes de romper.

Puntualmente se observan además micromecanismos de fractura frágil tipo clivaje asociado al fallo transgranular en la perlita a lo largo de la cementita (imagen “a” de la Figura 4.8) [5, 6].

b) Acero prealeado con Mo: Astaloy Mo

La evolución microestructural del acero prealeado con Mo captada durante los ensayos in-situ sin descarga, se muestra en la Figura 4.9. De las imágenes se aprecia la menor capacidad de deformación plástica de este acero, en comparación con el Fe-C. Al inspeccionar las primeras imágenes, se observa la deformación de los poros, por lo que de manera análoga al Fe-C, los poros son los puntos críticos por donde inician las primeras grietas. Alcanzado el 3,4 % de deformación, comienza la progresión de las grietas de poro a poro, y alcanzado el 4,2% de la deformación, se aprecia una coalescencia de poros que derivaron en unión de grietas pequeñas dando lugar a la rotura final.

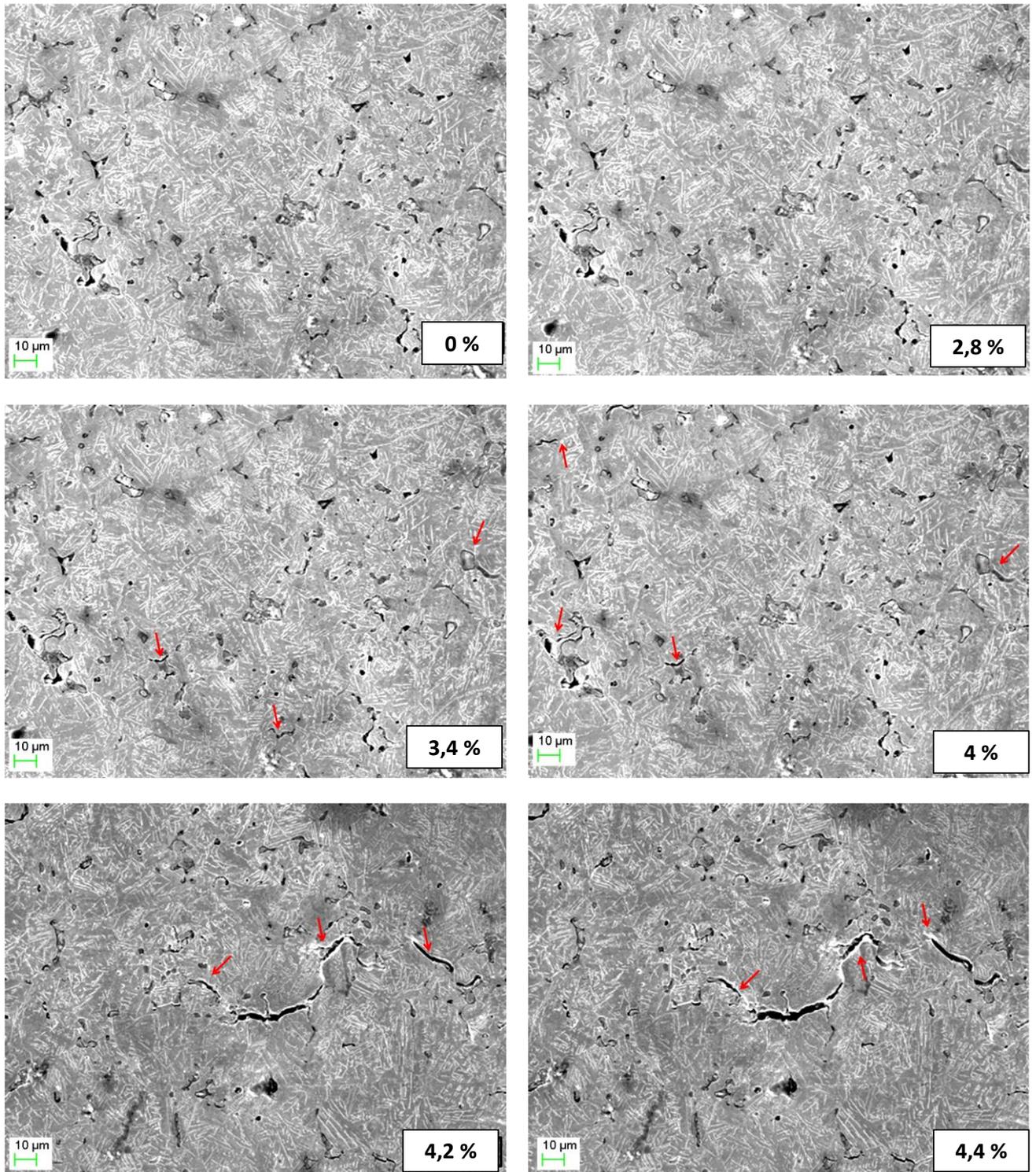


Figura 4.9. Evolución microestructura del Astaloy Mo. En cada imagen se indica el nivel de deformación al que se encuentra expuesto el material. Las flechas señalan el crecimiento de microgrietas.

En la Figura 4.10 se muestran imágenes de la línea de fractura final del acero prealeado con Mo.

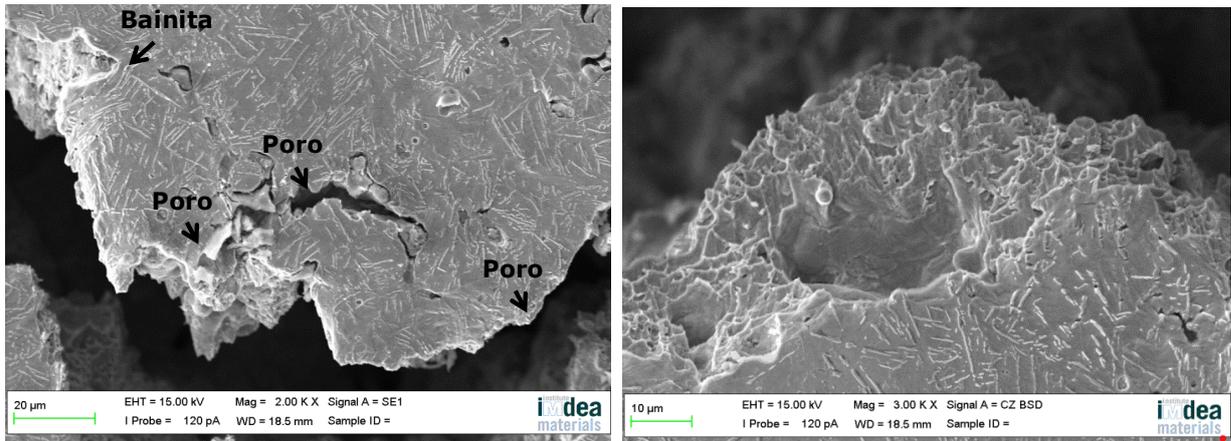


Figura 4.10 Camino de fractura del Astaloy Mo en el camino de fractura

Se puede apreciar en las imágenes de la fractura, que la grieta inicia en poros y que progresa de poro a poro, a través de la bainita. En la Figura 4.11 se expone el modelo representativo del camino preferente de propagación de la grieta diseñado específicamente para este material.



Figura 4.11 Camino de propagación de la grieta del Astaloy Mo

Con el fin de complementar el estudio de la fractura de este material, se exponen imágenes de la superficie de fractura en la Figura 4.12

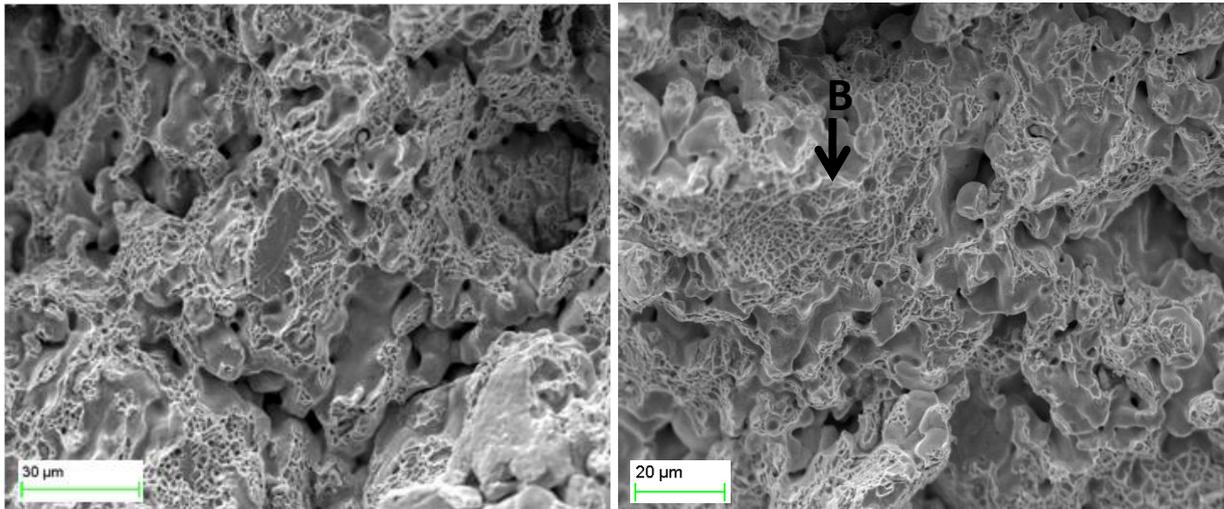


Fig 4.12 Superficie de fractura Astaloy Mo, siendo (B) microvacíos típicos de bainita

El principal micromecanismo de fractura es fractura dúctil intergranular, cuyo fallo se produce por la unión de microcavidades iniciadas por la porosidad y presencia de carburos. En cuanto a la morfología de las microcavidades, en su mayoría son superficiales y equiaxiales. El modo de fallo está asociado al esperado de la bainita [5].

Se pueden apreciar agrupaciones muy extensas de microcavidades que abarcan gran superficie. Las microcavidades mostradas en el Astaloy Mo, son mucho más regulares y equiaxiales que las apreciadas en el Fe-C, esto es debido a que la bainita es menos dúctil que la perlita, por lo que se observa menor deformación plástica. Por tanto, las imágenes de la superficie de fractura, nos indican que la grieta es iniciada en poros, progresa de poro a poro y a través de la bainita.

c) Acero aleado por difusión: Distaloy AE

En base a los resultados del microscopio óptico, la microestructura del Distaloy AE está constituida por fases dúctiles como la austenita debido a la mayor concentración de Ni, una pequeña concentración de Cu y ferrita, y fases de mayor dureza: bainita, perlita y martensita. Esta diversidad de fases dificulta en mayor medida la progresión de las grietas y ofrece un amplio campo de opciones por las que podría verse favorecido o dificultado el avance de las grietas [43]. Por este motivo, la monitorización del camino de las grietas es mucho más compleja en el caso del Distaloy AE y Distaloy HP1 en comparación con el Fe-C y Astaloy Mo. En la Figura 4.13 se expone la evolución microestructural del Distaloy AE al ser sometido a tracción.

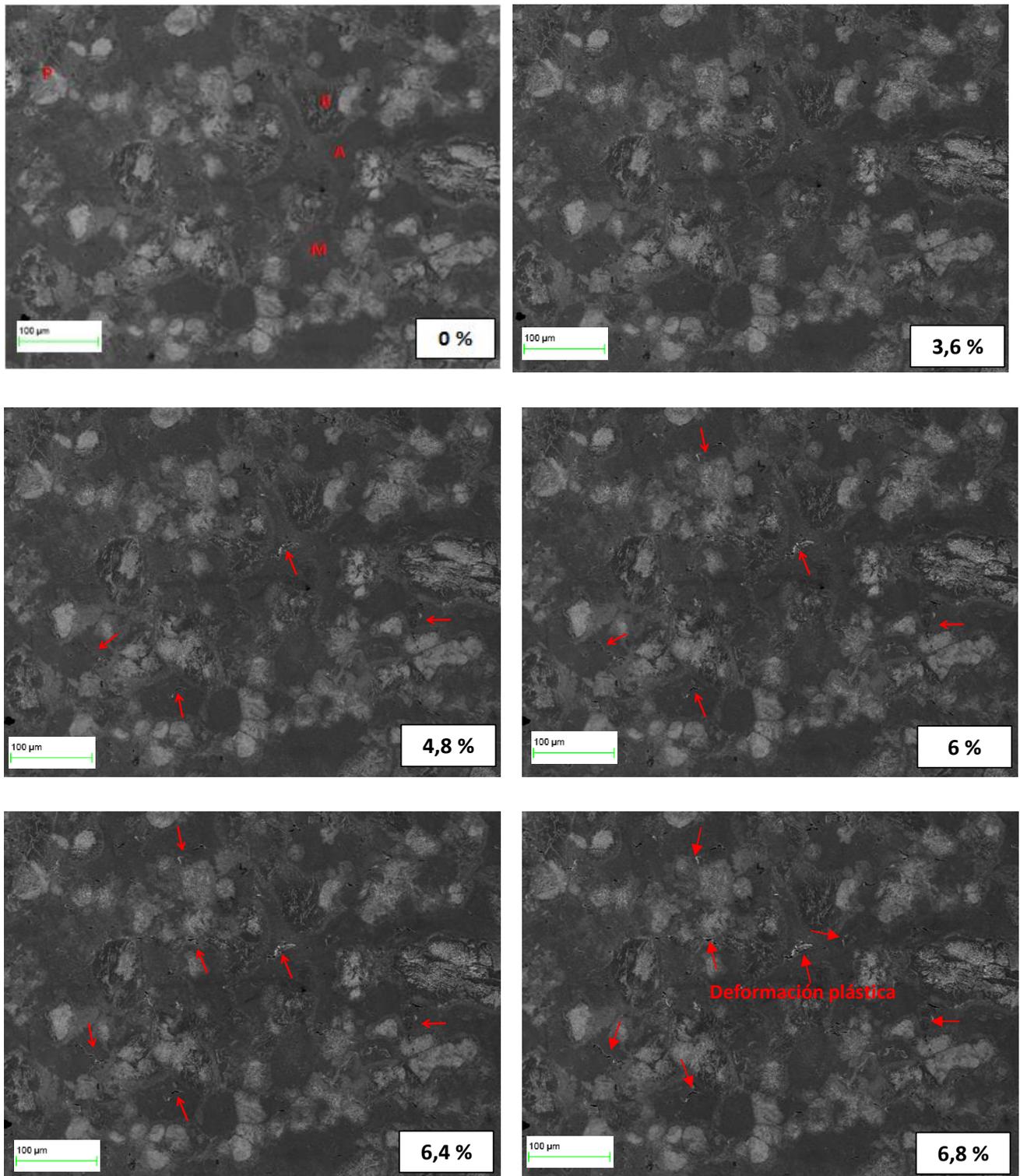


Figura 4.13. Evolución microestructural del Distaloy AE. En cada imagen se indica el nivel de deformación al que se encuentra expuesto el material. Las flechas señalan el crecimiento de microgrietas. En la primera imagen se detallan las distintas fases: A “austenita”, P “perlita”, B “bainita” y M “martensita”

En la Figura 4.14 se establece la comparativa entre la imagen del material en el estadio inicial con respecto a la imagen obtenida cuando el material ha adquirido la deformación máxima.

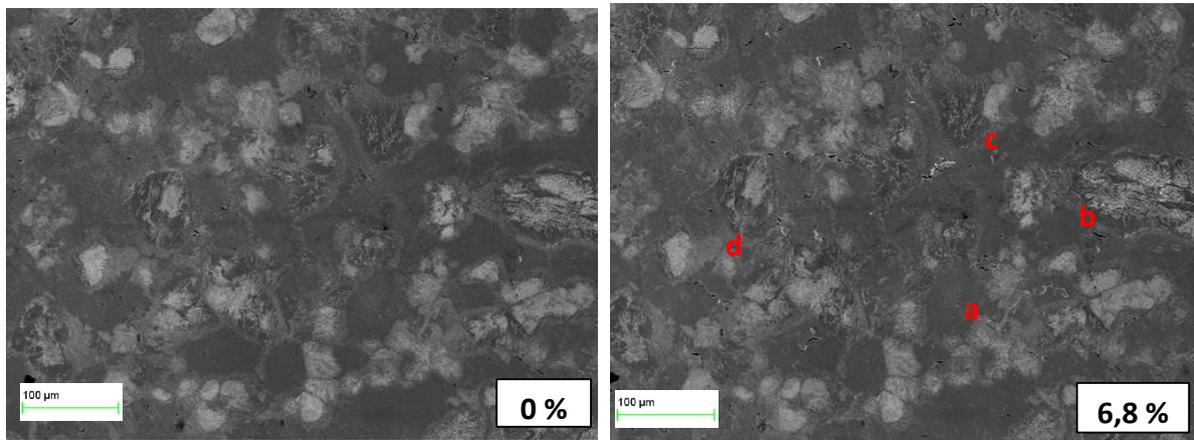


Figura 4.14 Seguimiento de la grieta del Distaloy AE al inicio y al final del ensayo. Se indica con letras (a,b,c y d) la intercara de dos microconstituyentes por medio de las cuales se encuentra una grieta. La letra “a” es la intercara de perlita-austenita, “b” bainita-austenita, “c” austenita-martensita y “d” bainita-perlita.

De manera análoga a los anteriores materiales, se detecta que los poros son el punto de partida por los cuales se generan las primeras grietas. La porosidad en este material se encuentra en las zonas austeníticas ricas en Ni rodeadas a su vez de martensita. La Figura 4.13 y Figura 4.14 muestran que en las zonas austeníticas tiene lugar el avance de las grietas iniciales, generadas en los poros. Analizando con más detalle las imágenes, dichas grietas prosiguen su avance a través de la intercara de dos microconstituyentes distintos, entre la martensita-austenita, austenita-perlita o perlita-bainita, tal y como se puede ver en la Figura 4.14. Por otra parte, la Figura 4.15 ofrece el modelo de propagación de la grieta propuesto, específicamente diseñado para esquematizar el camino preferencial de la grieta en el Distaloy AE.

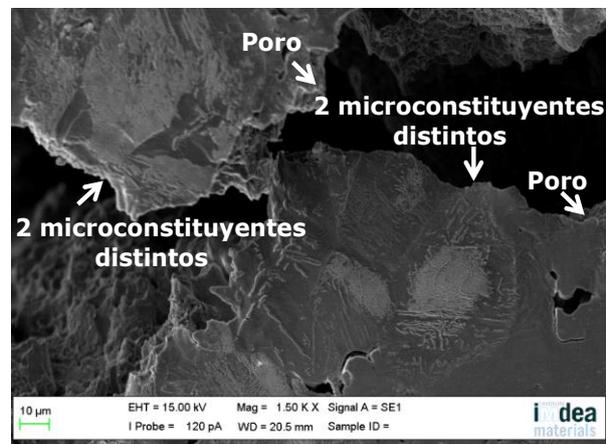
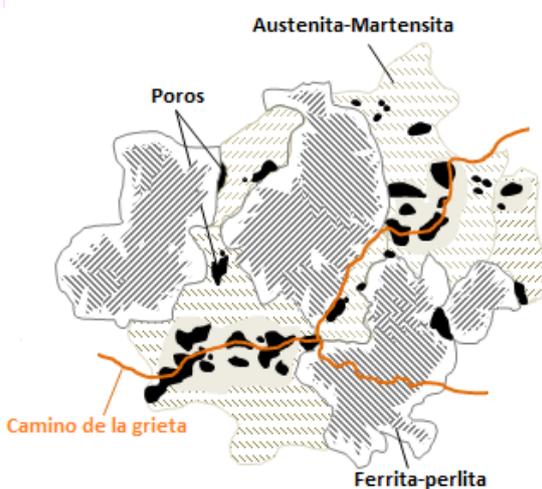


Figura 4.15 Camino de propagación de la grieta. Figura 4.16 Avance de la grieta, imagen (SE)

En la Figura 4.15 y Figura 4.16 se observa que efectivamente la grieta avanza de poro a poro y preferentemente entre dos microconstituyentes distintos, siendo los poros el factor clave del fallo del material. Las grietas encuentran un camino fácil entre zonas con distintas propiedades mecánicas o zonas más debilitadas por la existencia de poros.

Como ya se mencionó en el punto 1.3.3 de la introducción, existe una gran controversia en el papel que ejerce la austenita en el comportamiento a fractura de estos aceros. Algunos autores como Carabajar et al. [11, 12] afirman que estas zonas se caracterizan por soportar grandes deformaciones plásticas, comportamiento que es clave para mejorar la resistencia del acero. Por el contrario, otros autores señalan que la martensita situada en las zonas ricas en Ni es la responsable de la detención de las grietas [10].

De los resultados obtenidos de los ensayos in-situ se pueden comprobar dos efectos opuestos en el papel que ejerce la austenita en la propagación de la grieta. Por una parte, en la Figura 4.13 y Figura 4.14 se comprueba que las grietas nuclean y crecen en las zonas austeníticas ricas en Ni, donde se encuentran los poros y fases frágiles como la martensita. Por este motivo, cuanto más extensas sean las zonas ricas en Ni, mayor porosidad y por tanto, peores propiedades mecánicas. Sin embargo, se observa a medida que aumenta el nivel de carga en el acero, las grietas generadas a partir de estos poros, no participan en la propagación de la grieta final, ya que la grieta propaga preferentemente por los límites de dos microconstituyentes distintos, siendo más nocivos aquellos poros situados en la intercara de dos microconstituyentes distintos. Estas grietas generadas a partir de poros, frenan su avance debido a que la austenita absorbe la energía acumulada en las mismas, véase la Figura 4.13 en la imagen a 6,8% de deformación y la Figura 4.17.

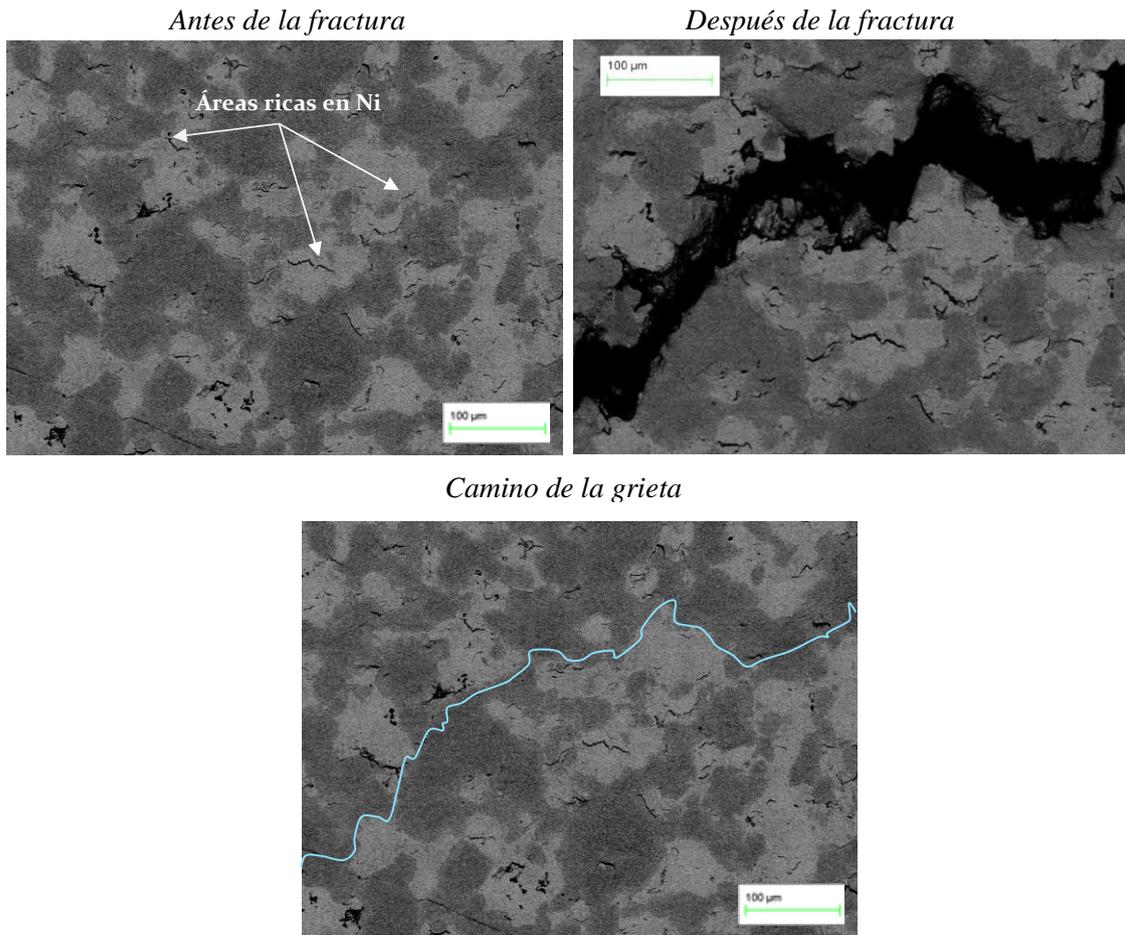


Figura 4.17 Detalle del daño en el Distaloy AE donde se muestran grietas formadas en áreas ricas en Ni, que no participan en la fractura final. La línea azul indica la trayectoria de la fractura final.

Del seguimiento de la grieta una vez fracturado el material se extrae la siguiente composición de imágenes, representada en la Figura 4.18.

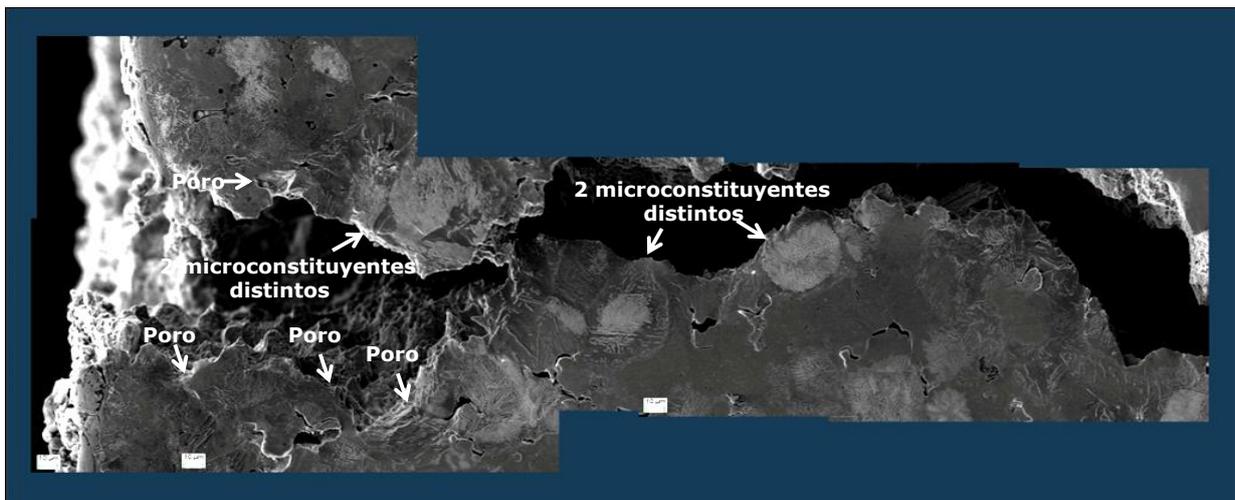


Figura 4.18. Camino de rotura del Distaloy AE

Analizando en profundidad la Figura 4.18 se llega a la conclusión de que efectivamente la grieta progresa por la intercarra de: perlita-bainita, austenita-perlita, austenita-bainita o por la intercarra de la austenita-martensita propiciado por la existencia de poros en las zonas ricas en Ni y puntualmente a través de la bainita superior.

Se realizó un análisis de la superficie de fractura mostrado en la Figura 4.19.

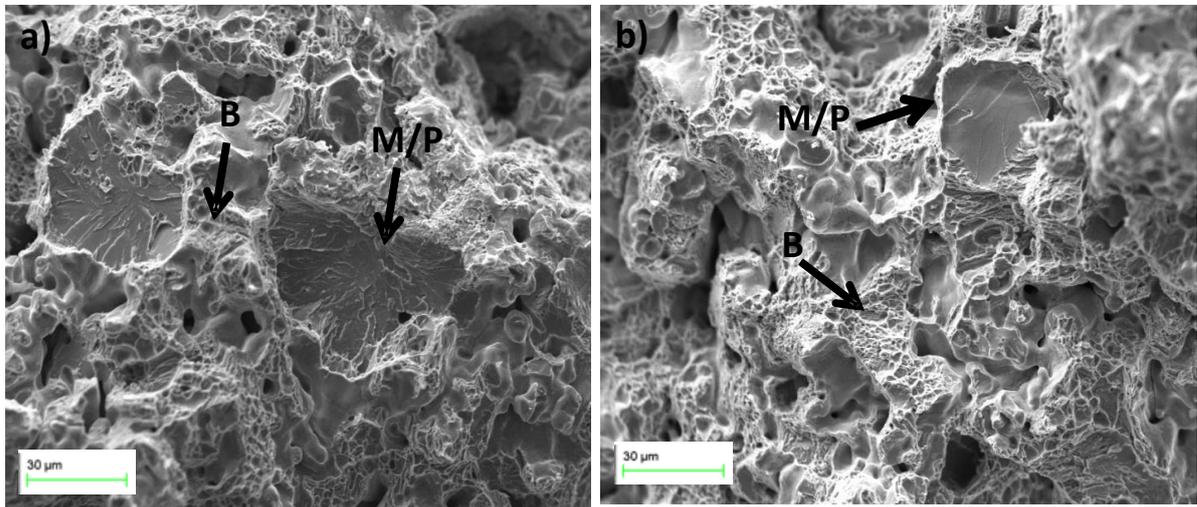


Figura 4.19 Superficie de fractura Distaloy AE a X1500. (M/P) clivaje asociado al fallo de la martensita o perlita y (B) dimples equiaxiales de la bainita.

Dada la gran heterogeneidad y diversidad de microconstituyentes, cabe esperar mecanismos de fractura muy variados. Los principales micromecanismos de fractura son: fractura dúctil caracterizada por la presencia de microcavidades iniciadas a partir de poros y fractura frágil tipo clivaje. Hay zonas donde predominan micromecanismos de fractura frágil y otras donde se distinguen áreas extensas de fractura dúctil.

En la Figura 4.19, se observan facetas de clivaje, correspondientes a la martensita o perlita (M/P). La perlita falla en forma de clivaje cuando avanza la grieta en la misma dirección que las lamelas de la cementita [5, 6]. Además se aprecian grandes extensiones de microvacíos equiaxiales, relacionados con las zonas de bainita.

d) Acero prealeado y aleado por difusión: Distaloy HP1

El Distaloy HP1 está constituido por fases blandas como austenita, zona rica en Ni, y fases de elevada templeabilidad formadas por bainitas superiores e inferiores, perlitas y martensita rica en Cu-Mo. A diferencia del Distaloy AE, el Distaloy HP1 se encuentra prealeado con Mo y está aleado por difusión con mayor cantidad de Ni y Cu, por lo que las zonas de perlita desaparecen dando paso a bainitas y más cantidad de martensitas. La mayor cantidad de elementos de aleación propician mayor resistencia a tracción que el resto de aceros, ya que las grietas deben enfrentarse a una diversidad de fases que en conjunto dificultan su avance. En la Figura 4.20 se muestra la evolución microestructural del Distaloy HP1 al ser sometido a tracción.

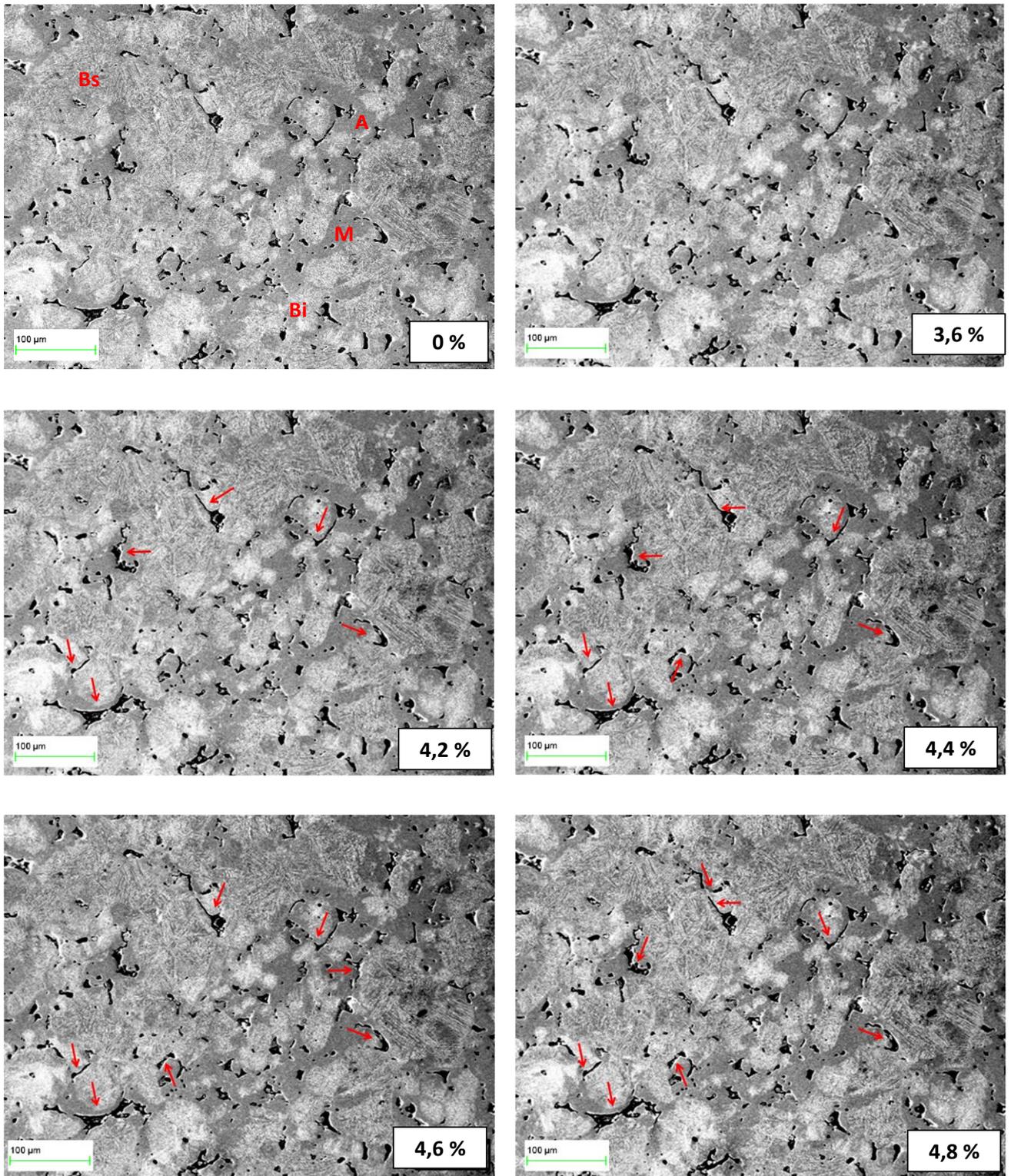


Figura 4.20. Evolución microestructural del Distaloy HP1 En cada imagen se indica el nivel de deformación al que se encuentra expuesto el material. Las flechas señalan el crecimiento de microgrietas. En la primera imagen se detallan las disitintas fases: A “austenita”, B “bainita” y M “martensita”

En la Figura 4.21 se establece la comparativa entre la imagen del material en el estadio inicial con respecto a la imagen obtenida cuando el material ha adquirido la deformación máxima.

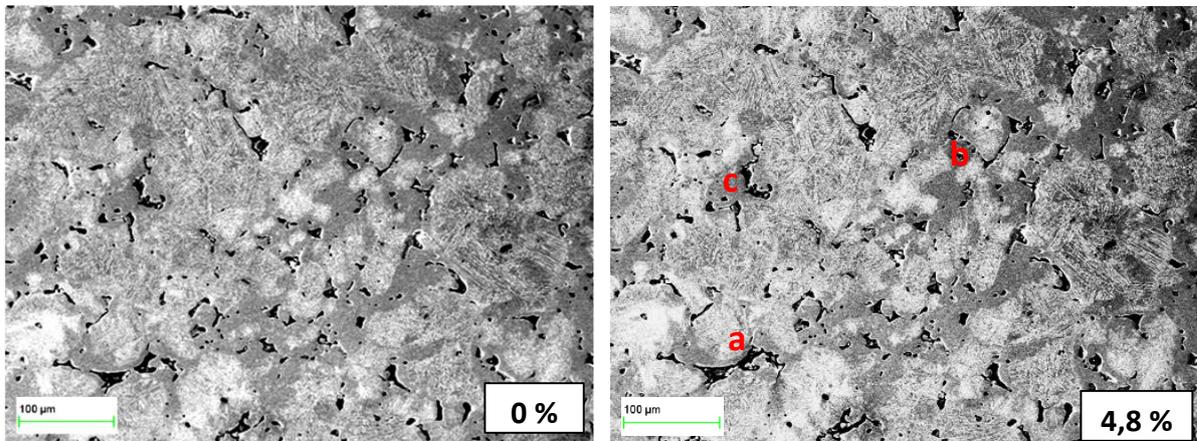


Figura 4.21 Seguimiento de la grieta del Distaloy HP1 al inicio y al final del ensayo. Se indica con letras (a,b y c) la intercara de dos microconstituyentes por medio de las cuales se encuentra una grieta. La letra “a” representa la intercara de bainita-bainita, “b” bainita-austenita, “c” austenita-martensita.

La inspección visual de las imágenes mostradas en la Figura 4.20 y 4.21 se ve obstaculizada ya que no se aprecian apenas cambios en la microestructura. Analizando más en detalle, se observa una pequeña deformación de los poros al ir aumentando de intensidad de tensión a tracción. De manera análoga al Distaloy AE, los poros se sitúan en la zona de la austenita, formada principalmente por Ni y ferrita.

Análogamente al Distaloy AE, existe una gran controversia en el papel que ejerce las zonas austeníticas ricas en Ni en el comportamiento mecánico del acero. De los resultados in-situ, se observa que la austenita presenta el mismo comportamiento que el descrito en el Distaloy AE. En la Figura 4.20 y 4.21, se observa que las zonas austeníticas, dado que son las áreas donde se encuentra mayor concentración de poros, ofrecen un camino por el que las grietas avanzan bordeando los límites de dos microconstituyentes distintos: bainita-austenita, bainita-bainita y austenita-martensita indicado con letras en la Figura 4.21. Por tanto, el camino preferencial de la progresión de la grieta es el mismo que en del Distaloy AE, con la diferencia de que en este acero hay mayor cantidad de martensitas, zonas frágiles, y que no se aprecian apenas perlitas, sino bainitas.

A continuación se expone un esquema que muestra el camino de fractura diseñado específicamente para el Distaloy HP1, Figura 4.22. En esta figura se describe que efectivamente el camino preferencial es de poro a poro y en la intercara de microconstituyentes distintos. Dicho modelo se puede contrastar con la superficie de fractura mostrada en la Figura 4.23

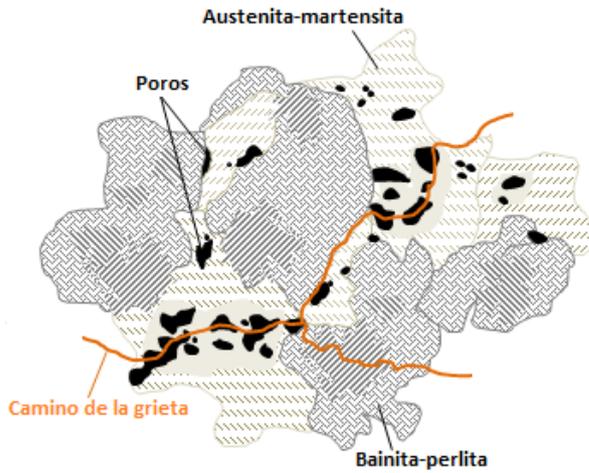


Figura 4.22 Modelo Camino de propagación de la grieta del Distaloy HP1

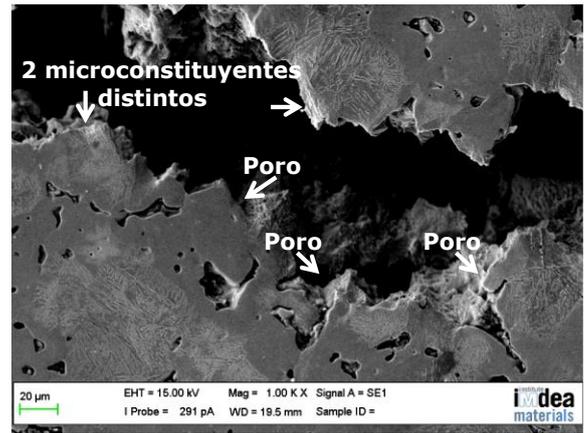


Figura 4.23 Superficie de fractura a más aumentos del Distaloy HP1

En la Figura 4.24 se muestra la línea de fractura de la grieta final. Analizando en detalle la imagen, se observa que el acero rompió bordeando las bainitas inferiores y superiores por medio de la austenita y martensita de poro a poro poro, y en algunos casos, por el medio de la bainita.

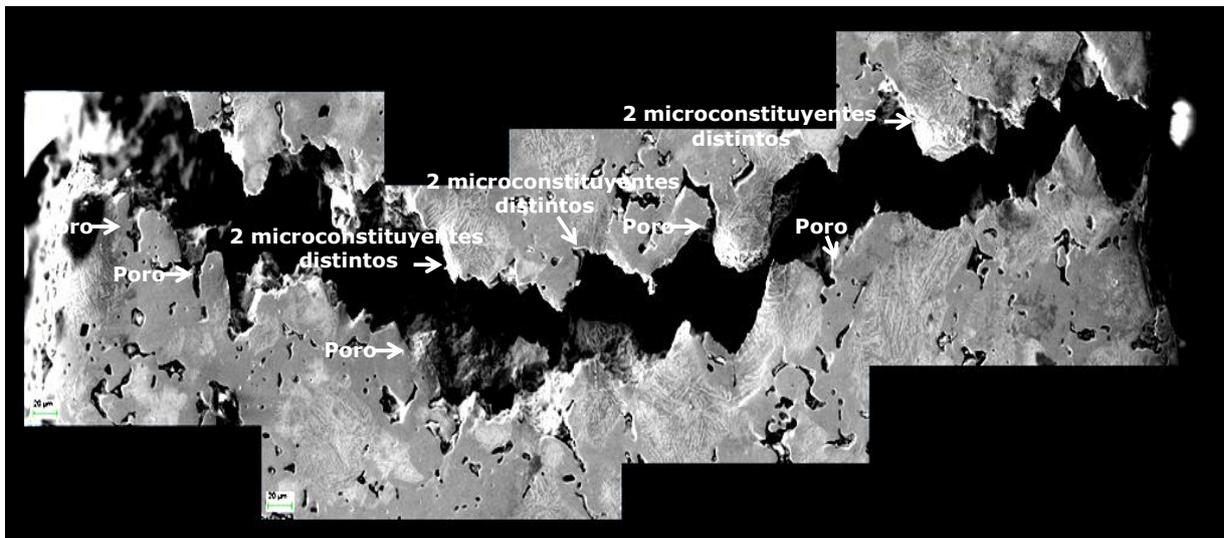


Fig 4.24. Camino de rotura del Distaloy HP1

Con el objeto de completar el análisis, se examina la superficie de fractura de dicho acero mostrada en la Figura 4.25:

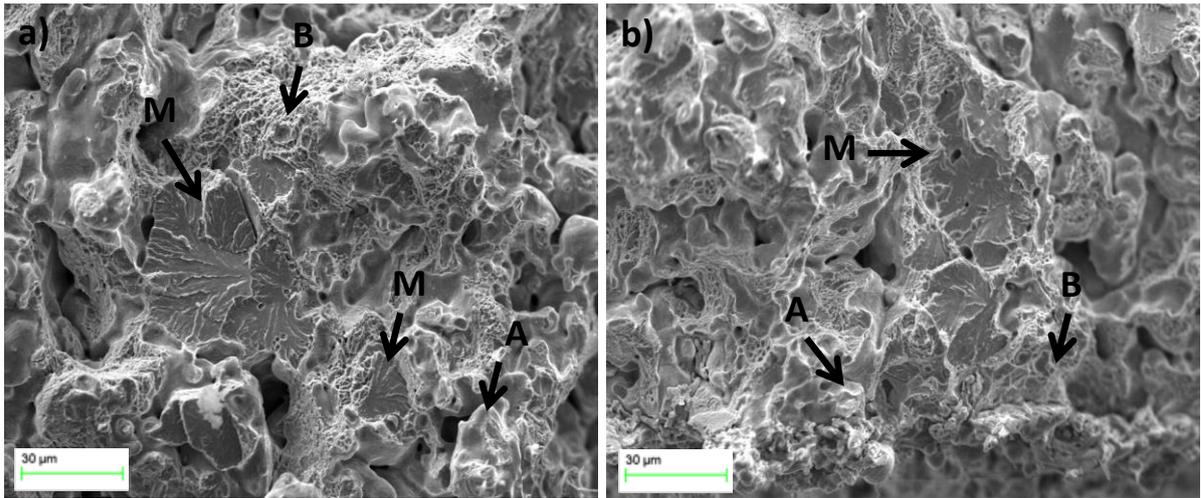


Figura 4.25 Superficie de fractura del Distaloy HP1 a X1500. (M) Clivaje de la martensita, dimples de bainita (B), zonas que presentan deformación plástica de la austenita (A)

El Distaloy HP1 al igual que el Distaloy AE, ofrece una fractografía muy diferente de zona a zona, lo que condiciona el avance de las grietas a nivel local. Los principales micromecanismos son: fractura frágil transgranular (clivaje) y fractura dúctil caracterizada por la presencia de microcavidades [5, 6].

En la Figura 4.25 se muestra fractura frágil transgranular en forma de clivaje, correspondiente al fallo en la martensita. Además, se aprecian zonas de fractura dúctil por la existencia de microcavidades de forma equiaxial, asociadas al fallo de las bainitas. La existencia de estas microcavidades, confirma que la grieta avanzó por medio de la bainita en pequeñas zonas, lo que confirma lo observado en la Figura 4.24. Por otra parte, se aprecia la deformación de la austenita en algunas zonas tomando la forma de microcavidades alargadas, asociadas a la alta deformación plástica adquirida por el material en las zonas ricas en Ni libres de poros.

Como se mencionó anteriormente, los Distalloys ofrecen una gran variedad de superficies de fractura ocasionada por la diversidad de fases. Comparando la superficie de fractura de este acero con el Distaloy AE se pueden observar mayores facetas de fractura frágil, como clivaje, esto es debido a la mayor cantidad de martensitas.

4.3 MAPAS DE DEFORMACIÓN (DIC)

A partir de las imágenes del ensayo in-situ de carga y descarga se pudo extraer información sobre el porcentaje de deformación plástica local alcanzada. En la Figura 4.26 y Figura 4.27 se muestran los mapas de deformación de los materiales investigados a diferentes niveles de deformación global en el acero. La escala de colores se corresponde con un nivel de deformación determinado. El color asociado a la mayor deformación plástica alcanzada es el rojo seguido de las tonalidades amarillas y naranjas que se presentan a niveles intermedios de deformación, mientras que los niveles más bajos de deformación, se corresponden con tonalidades azules y moradas, siendo el morado el color que representa la ausencia de deformación plástica.

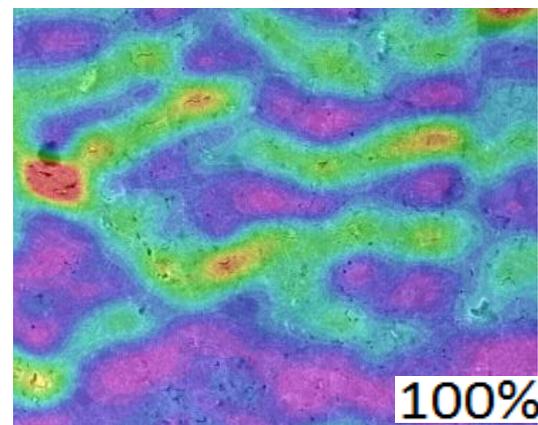
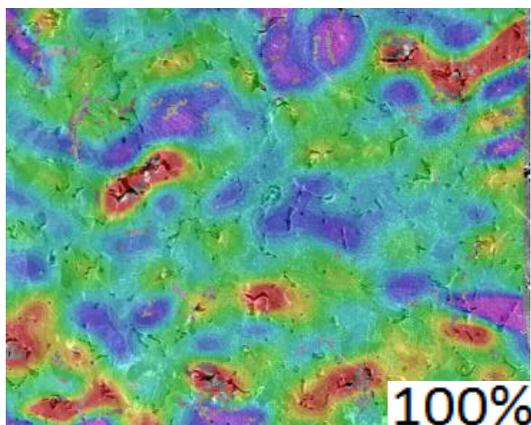
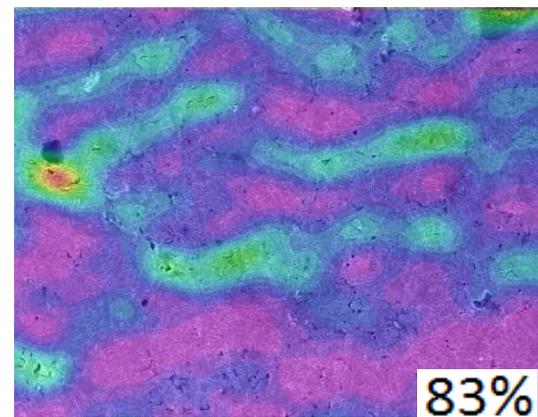
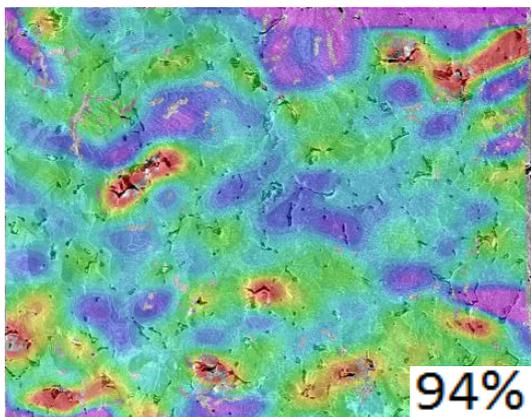
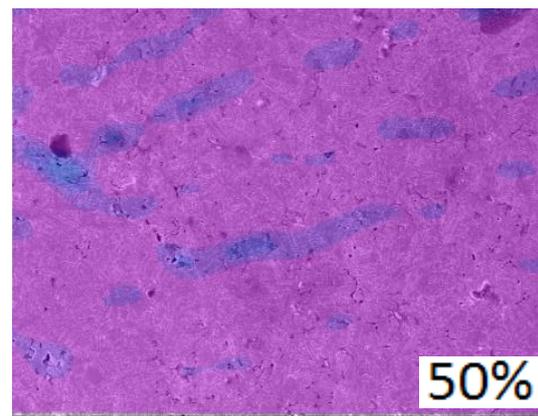
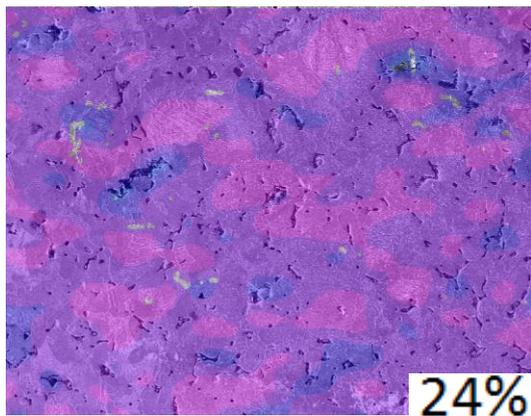
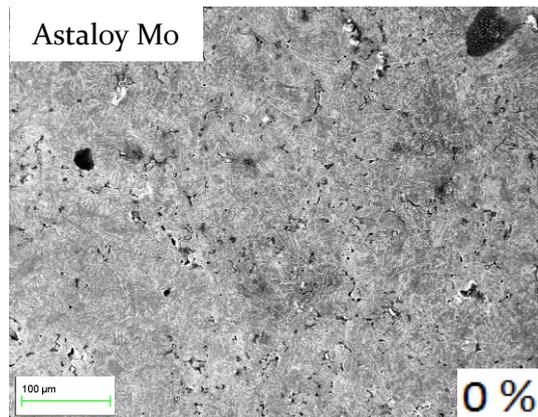
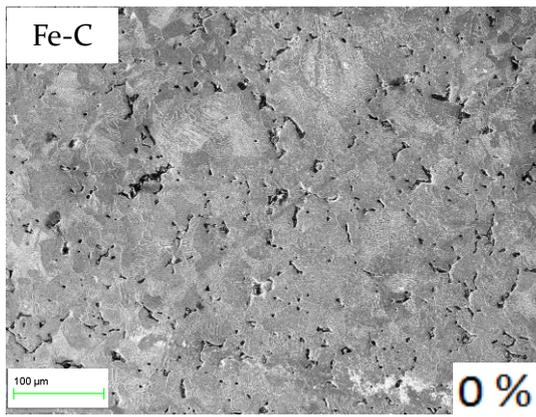


Figura 4.26. Deformación obtenida por DIC del: Fe-C, Astaloy Mo

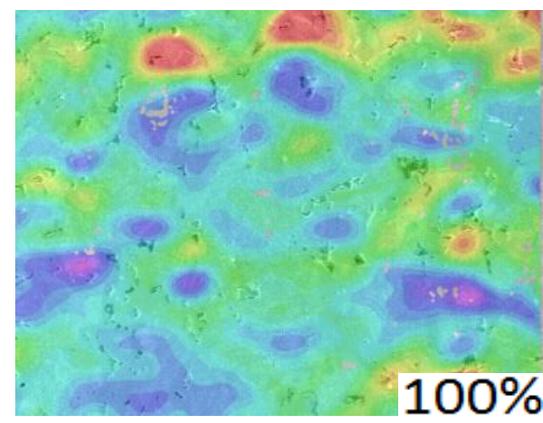
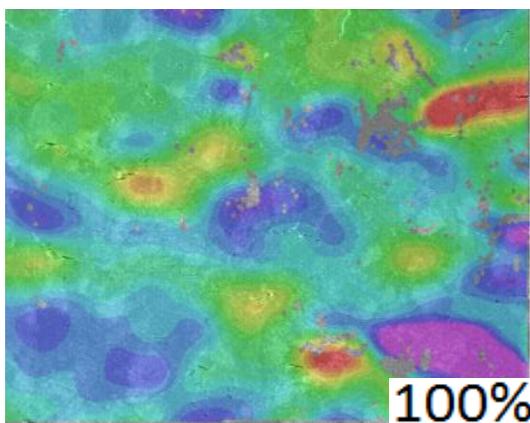
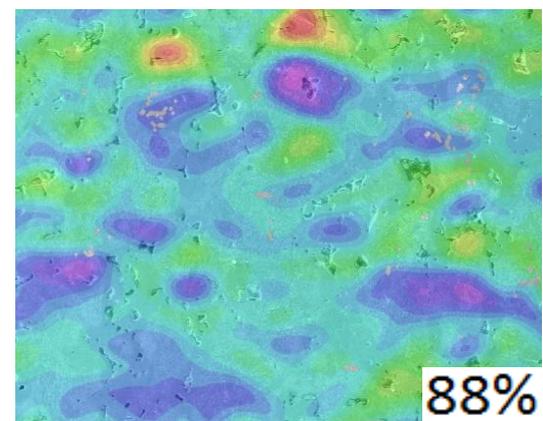
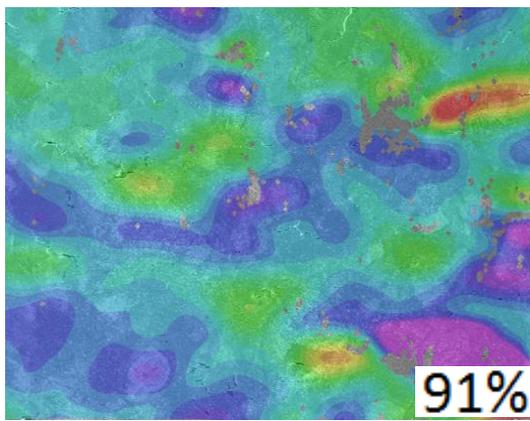
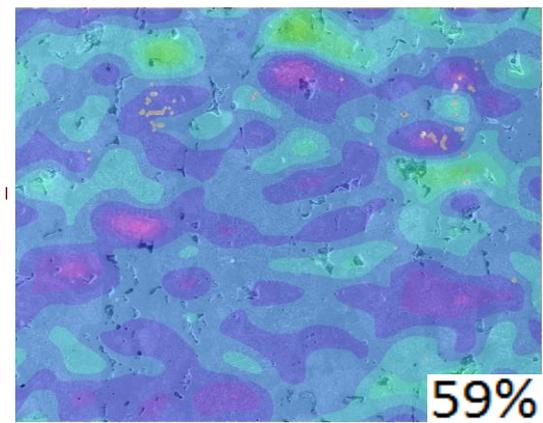
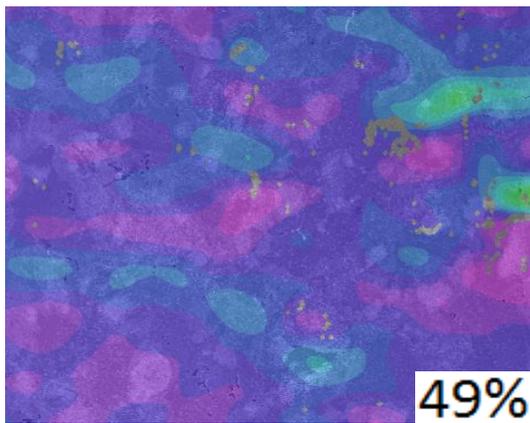
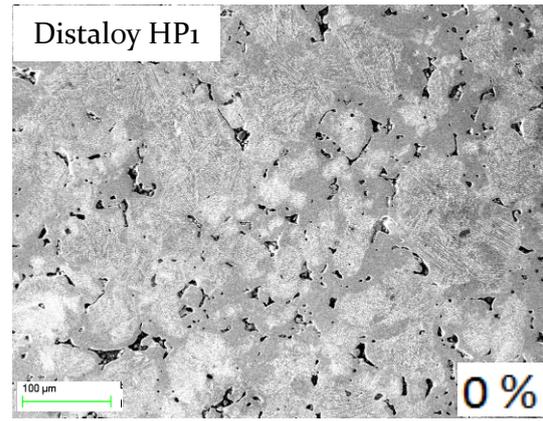
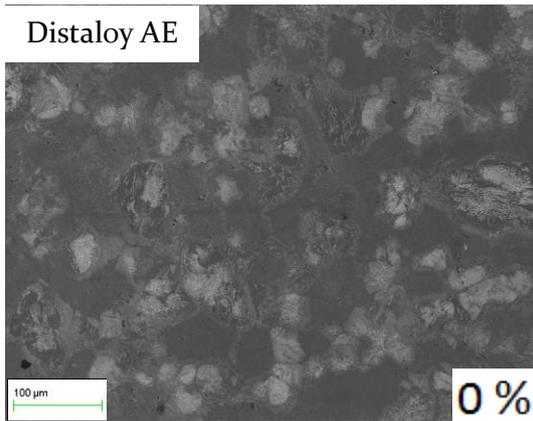


Figura 4.27. Deformación obtenida por DIC del: Distaloy AE, Distaloy HP1

A partir de los mapas mostrados en la Figura 4.26 y la Figura 4.27, y en concreto de los mapas correspondientes a la deformación última (100%), es posible conocer cómo se distribuyen las deformaciones plásticas en cada acero. En la Figura 4.28 se relaciona el porcentaje de área sobre el 100%, con el porcentaje de deformación plástica local adquirida sobre la deformación plástica total.

Analizando las gráficas de los cuatro materiales en conjunto de la Figura 4.28, se observa que el Fe-C presenta un nivel de deformación plástica mucho mayor que el resto de los materiales, seguido del Distaloy AE, Astaloy Mo y por último el Distaloy HP1. Estos resultados confirman que la escala de colores muestra distintos valores de deformación plástica para cada material, por lo que por ejemplo, el valor de la deformación plástica del color asociado a la mayor deformación plástica (color rojo), es mayor en el Fe-C que en el resto de aceros. Asimismo, se aprecia la heterogeneidad en la distribución de las deformaciones plásticas en los aceros.

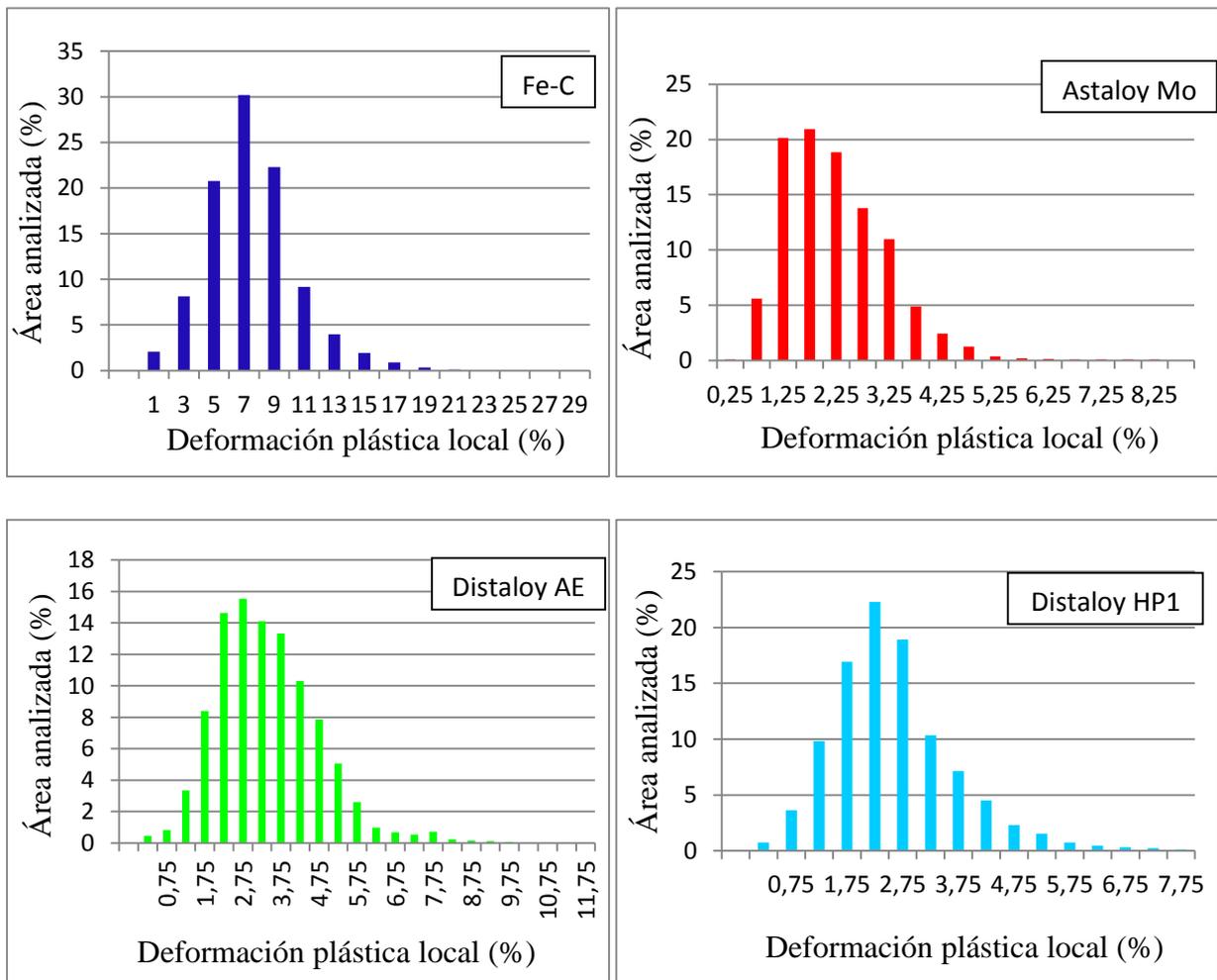


Figura 4.28. Porcentaje de deformación plástica local con respecto al área afectada por cada material. De arriba a abajo, de izquierda a derecha: Fe-C, Astaloy Mo, Distaloy AE, Distaloy HP1

4.3.1 Acero al carbono: Fe-C

De los resultados mostrados en la Figura 4.26 se observa en primer lugar una distribución heterogénea de la deformación plástica. Analizando en conjunto la Figura 4.26 y la Figura 4.29, se aprecia en las primeras imágenes, que las zonas con poros son las que presentan mayor intensidad de deformación, en especial aquellos poros de morfología más irregular. Estas zonas crean bandas con mayor intensidad de deformación plástica. Dicho aumento en la densidad de bandas es más acusado en zonas donde abundan poros más alargados y grandes. Estas zonas de alta deformación plástica a medida que progresa el nivel de tensión aplicado a la probeta, se conectan entre sí formando una red de bandas de alta intensidad de deformación.

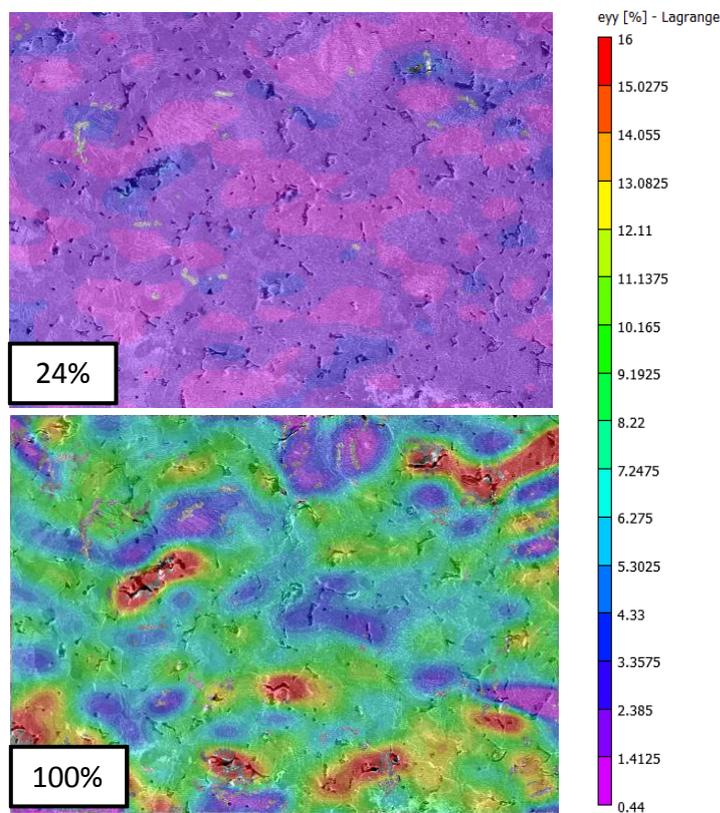


Figura 4.29 Imágenes DIC del Fe-C a bajas deformaciones plásticas y altas deformaciones plásticas.

Por tanto, de estas bandas asociadas al aumento de deformación, se corrobora que efectivamente, el fallo de este material está condicionado por los poros y la interconexión de los mismos.

4.3.2 Acero prealeado con Mo: Astaloy Mo

A partir de los resultados obtenidos en la Figura 4.26, cabe destacar la gran heterogeneidad en la localización de la deformación plástica, y la poca deformación plástica que presenta comparado con el Fe-C. Como se puede ver en la Figura 4.26, las zonas que mayor intensidad de deformación presentan, son zonas donde abundan los poros. Asimismo, se observa que esta intensidad de deformación es más acusada en poros de morfología más irregular.

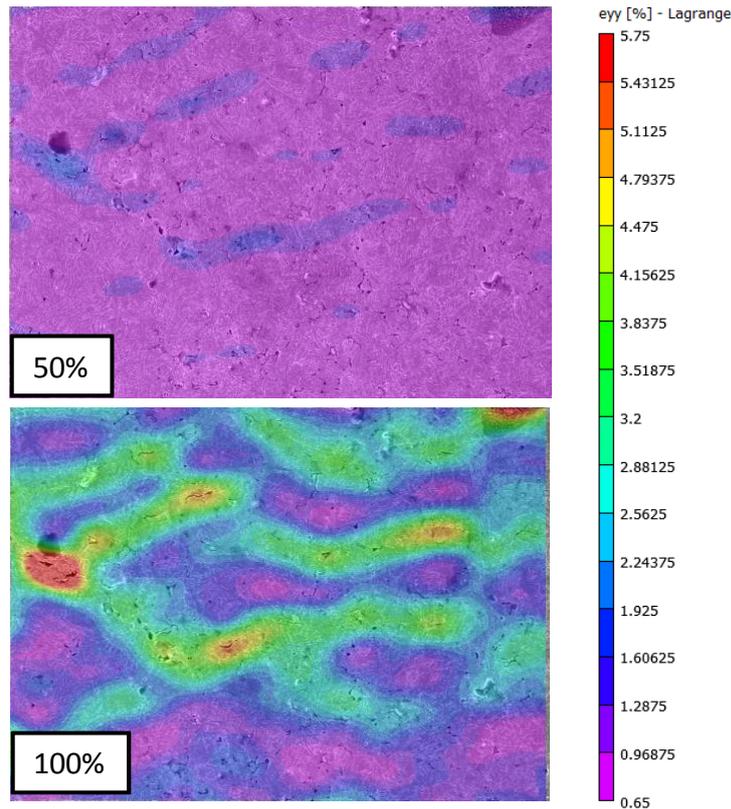


Figura 4.30 Imágenes DIC del Astaloy Mo a bajas deformaciones plásticas y altas deformaciones plásticas.

De los resultados mostrados en la Figura 4.26 y 4.30, se confirma que los mayores valores de la deformación plástica están asociados a la porosidad, y por tanto en estas zonas se crean bandas de deformación. Estas bandas de deformación aumentan de tamaño a medida que aumenta el nivel de tensión a tracción en el material, generando una red de bandas que une la porosidad entre sí.

4.3.3 Acero aleado por difusión: Distaloy AE

En base a los resultados mostrados en la Figura 4.27 y Figura 4.31, se aprecia en primer lugar una distribución heterogénea de la deformación plástica. Del mismo modo, se observa que la localización de la deformación plástica está asociada a la porosidad, zonas donde nuclean y progresan las grietas, independientemente de la microestructura. En dichas zonas se forman bandas de deformación plástica, cuya intensidad de bandas es más acusada en aquellos poros de morfología más irregular.

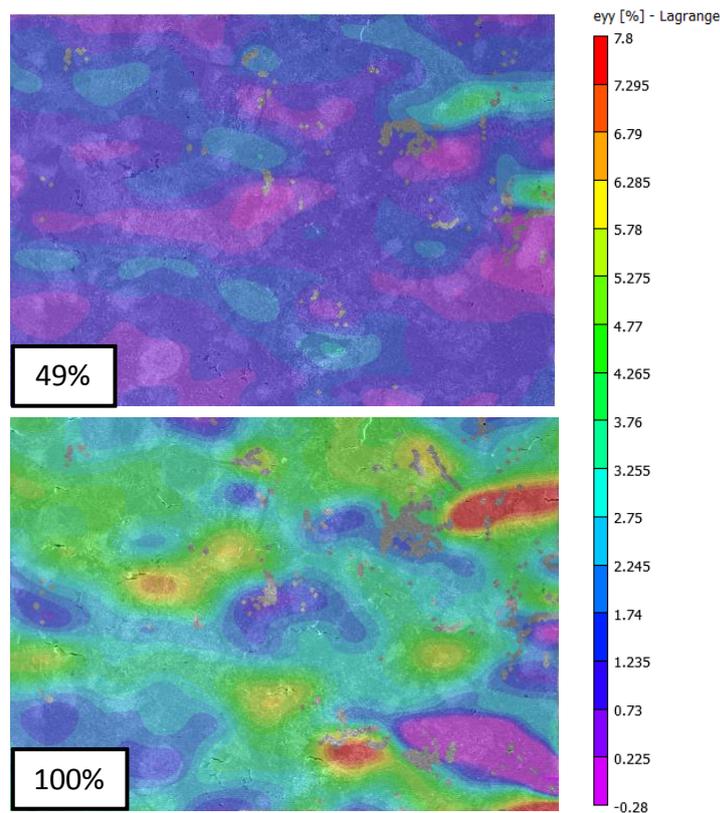


Figura 4.31 Imágenes DIC del Distaloy AE a bajas deformaciones plásticas y altas deformaciones plásticas.

Dado que el camino preferencial de progresión de la grieta es por la intercara de dos microconstituyentes distintos, se identifica un aumento en la densidad de bandas en la intercara de bainita-perlita, austenita-martensita y austenita-perlita. Por tanto, la localización plástica está asociada al camino preferencial de la grieta, de poro a poro y por la intercara de dos microconstituyentes diversos. Estas bandas adquieren mayores dimensiones a medida que aumenta el nivel de tensión ejercido en la probeta, formando finalmente una red de bandas conectadas entre sí.

4.3.4 Acero prealeado y aleado por difusión: Distaloy HP1

En primer lugar, se advierte una distribución heterogénea de la localización de la deformación plástica. Además, análogamente al Distaloy AE, las áreas que más deformación plástica presentan son las zonas abundantes en poros, zonas donde nuclean y progresan las grietas tal y como se puede ver en la Figura 4.27 y Figura 4.32. Estas zonas generan bandas de deformación con mayor intensidad. Dichas bandas de deformación presentan mayor intensidad de deformación donde se encuentran poros de morfología más irregular y en los límites de dos fases distintas, es decir, la mayor intensidad en las bandas de deformación está asociado al camino preferencial de la grieta. Por ello, se aprecia un aumento de la densidad de bandas en la intercara de austenita-martensita y austenita-bainita, por donde progresa la grieta.

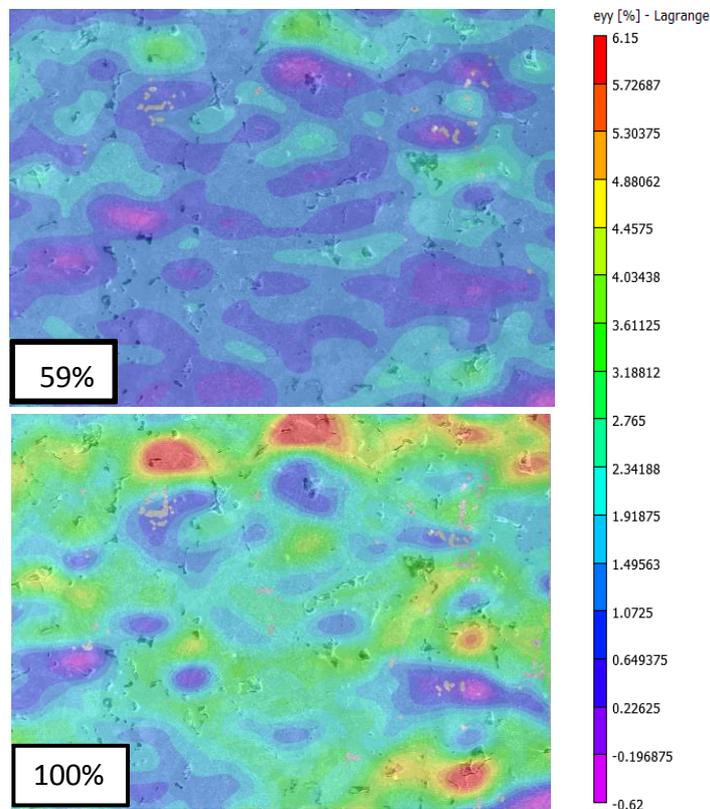


Figura 4.32 Imágenes DIC del Distaloy HP1a a bajas deformaciones plásticas y altas deformaciones plásticas.

Estas bandas heterogéneamente distribuidas, crean conexiones entre sí a medida que aumenta el nivel de deformación en el acero, formando finalmente una red de bandas unidas entre sí.

5. CONCLUSIONES

Como conclusión del presente trabajo en el que se estudia la progresión de la grieta de cuatro aceros, mediante tres técnicas distintas (monitorización in-situ del fallo de los aceros sometidos a carga uniaxial continua en SEM, análisis de deformación plástica local mediante la técnica de Correlación Digital de Imágenes DIC y fractografía), se extraen las siguientes conclusiones:

- En todos los aceros estudiados, las primeras grietas nuclean a partir de los poros, en especial aquellos poros de morfología más irregular y situados perpendicularmente al eje de tracción.
- Todos los materiales muestran un comportamiento mecánico muy frágil. Una vez que las primeras grietas aparecen, sin apenas apreciarse coalescencia entre ellas, la grieta propaga rápidamente. No presentan a penas deformación antes de romper, siendo el Fe-C el que más deformación muestra y el Astaloy Mo, seguido del Distaloy HP1, los que menos deformación plástica a fractura presentan.
- En los cuatro aceros se observa que las grietas progresan de poro a poro, por lo que el comportamiento mecánico de los aceros está condicionado por la porosidad presente en los mismos. Incluso en el Distaloy AE y Distaloy HP1, los microconstituyentes no son los principales responsables del comportamiento mecánico del material, sino la porosidad. Sin embargo, la gran diversidad de microconstituyentes de los Distaloys, dificulta en mayor medida la progresión de las grietas, comparado con aceros más homogéneos desde el punto de vista microestructural como el Fe-C y el Astaloy Mo.
- En el caso del Fe-C y Astaloy Mo, se observa que la deformación plástica mayor adquirida mostrada en los mapas de deformación, se encuentra en las zonas con poros y/o grietas.
- En el Distaloy AE y Distaloy HP1, las grietas nuclean en la zonas austeníticas ricas en Ni, ya que son zonas donde abundan poros y por tanto cuanto más extensas sean estas áreas, peor será el comportamiento del material a tracción. La grieta avanza de poro a poro, preferentemente por la intercara de dos fases distintas. Independientemente de que las grietas generadas en zonas austeníticas lleguen a formar parte de la grieta final o no, los poros situados en estas zonas son los responsables del empeoramiento de las propiedades mecánicas de los aceros.

6. LÍNEAS FUTURAS

En base a los resultados obtenidos, se puede ampliar el campo de estudio para una mejor comprensión de la contribución de la microestructura en el comportamiento mecánico de un material, en torno a las siguientes vías:

- Completar el estudio incluyendo un **análisis de la morfología de los poros**, lo que resultaría bastante interesante para entender mejor cómo se comportan a fractura estos materiales, dada la gran cantidad de poros que contienen y la relevancia que estos tienen en el comportamiento a fractura.
- Se pueden deducir conclusiones interesantes **combinando las técnicas utilizadas con mapas de microdureza**. Dichos mapas permitirían identificar en mayor medida las fases duras de las blandas, que combinado con los resultados de DIC se podrían extraer conclusiones más consistentes.
- También sería conveniente **combinar técnicas de simulación por elementos finitos** como FEM con las otras tres técnicas y comparar los resultados.
- Otras posibilidades podrían ser **extrapolar estas técnicas a otros materiales sinterizados o a otros en vías de expansión**, como pueden ser aceros obtenidos por sinterización con fase líquida a partir de aleaciones maestras de bajo punto de fusión. Esto permitiría esclarecer la influencia de la porosidad secundaria en el comportamiento mecánico.

7. BIBLIOGRAFÍA

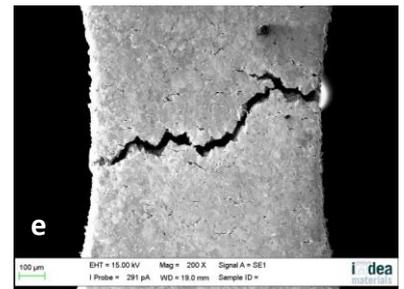
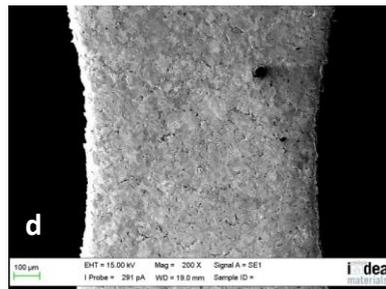
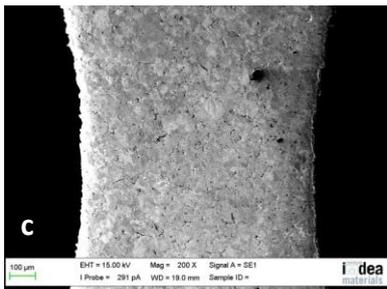
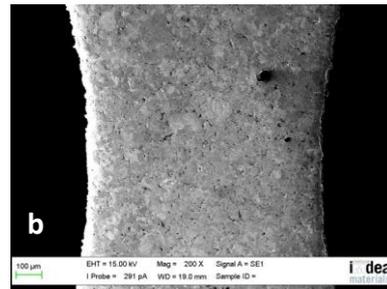
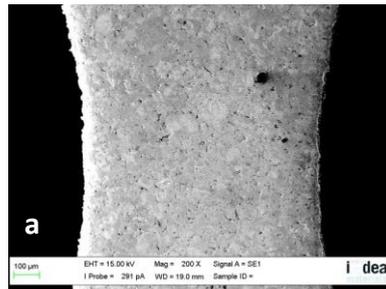
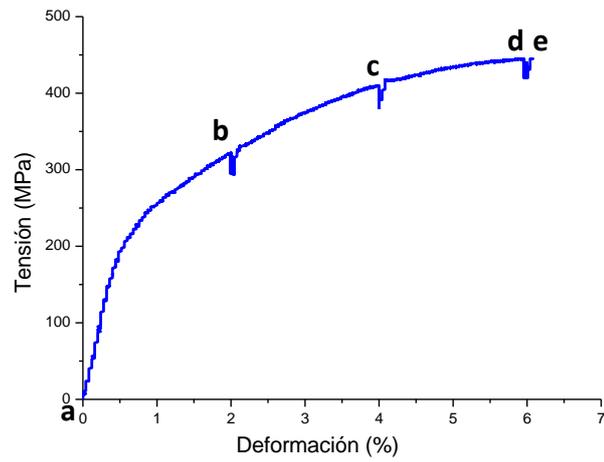
1. P. Lindskog, *The History of Distalloy*. Euro PM2013-Powder Manufacturing, 2013: pp. 13.
2. M. Campos, L. Blanco, J. Sicre-Artalejo and J.M. Torralba, *High performance low alloy steels: Up date*. Revista de Metalurgia (Madrid), 2008. vol. 44 (1): pp. 5-12.
3. R.O. J.M.Torralba, M.Campos, *From sintered iron to high performance PM steels*. Material Science Forum, 2011. vol. 672: pp. 3-11.
4. A. Šalák, *Ferrous powder metallurgy*. 1995: Cambridge International Science Pub.
5. E.Dudrovà and M. Kabátová, *Fractography of sintered iron and steels*. Powder metallurgy Progress, 2008. vol. 8: pp. 59-75.
6. *ASM Handbook Fractography*, ed. T.m.I.C. ASM International. Vol. 12. 1987: ASM Handbook Committee.
7. J.M.T. M.Campos, *Fracture micromechanism in low alloyed chromium-molybdenum sintered steels depending on static dynamic applied loads*. Powder metallurgy Progress, 2003. vol. 3: pp. 1-9.
8. H. Abdoos, H. Khorsand and A.R. Shahani, *Fatigue behavior of diffusion bonded powder metallurgy steel with heterogeneous microstructure*. Materials and Design, 2009. vol. 30 (4): pp. 1026-1031.
9. L.A.a.U.P. Anders Bergmark, *Fatigue Crack Initiation in Pm Steel*. vol. Höganäs AB, Sweden: pp. 1-9.
10. A. Bergmark and L. Azati, *Fatigue crack path in Cu-Ni-Mo alloyed PM steel*. Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 2005. vol. 28 (1-2): pp. 229-235.
11. S. Carabajar, C. Verdu and R. Fougères, *Damage mechanisms of a nickel alloyed sintered steel during tensile tests*. Materials Science and Engineering A, 1997. vol. 232 (1-2): pp. 80-87.
12. S. Carabajar, C. Verdu, A. Hamel and R. Fougères, *Fatigue behaviour of a nickel alloyed sintered steel*. Materials Science and Engineering A, 1998. vol. 257 (2): pp. 225-234.
13. N. Chawla and X. Deng, *Microstructure and mechanical behavior of porous sintered steels*. Materials Science and Engineering A, 2005. vol. 390 (1-2): pp. 98-112.
14. H. Danninger, C. Xu, G. Khatibi, B. Weiss and B. Lindqvist, *Gigacycle fatigue of ultra high density sintered alloy steels*. Powder Metallurgy, 2012. vol. 55 (5): pp. 378-387.
15. X. Deng, G. Piotrowski, N. Chawla and K.S. Narasimhan, *Fatigue crack growth behavior of hybrid and prealloyed sintered steels. Part II. Fatigue behavior*. Materials Science and Engineering A, 2008. vol. 491 (1-2): pp. 28-38.
16. X. Deng, G. Piotrowski, N. Chawla and K.S. Narasimhan, *Fatigue crack growth behavior of hybrid and prealloyed sintered steels. Part I. Microstructure characterization*. Materials Science and Engineering A, 2008. vol. 491 (1-2): pp. 19-27.
17. H.K. H.Abdoos, A.R.Shahani, M.Arjomandi, *The Effect of Microstructure Heterogeneity on Fatigue Property of Powder Metallurgy Steels*. Defect and Diffusion Forum, 2008. vol. 273-276: pp. 348-353.
18. M. Kabátová, E. Dudrovà and A.S. Wronski, *Fracture micromechanics of static subcritical growth and coalescence of microcracks in sintered Fe-1.5Cr-0.2Mo-0.7C steel*. Powder Metallurgy, 2006. vol. 49 (4): pp. 363-368.
19. S.J. Polasik, J.J. Williams and N. Chawla, *Fatigue crack initiation and propagation of binder-treated powder metallurgy steels*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2002. vol. 33 (1): pp. 73-81.

20. s.J. Polasik, J.J. Williams , and and N.Chawla, *Fatigue Crack Initiation and Propagation in Ferrous Powder Metallurgy Alloys*. Department of Chemical and Materials Engineering Arizona State University, 2002: pp. 1-14.
21. K.V. Sudhakar, *Fatigue behavior of a high density powder metallurgy steel*. International Journal of Fatigue, 2000. vol. 22 (9): pp. 729-734.
22. C. Verdu, S. Carabajar, G. Lormand and R. Fougères, *Fatigue crack growth characterization and simulation of a porous steel*. Materials Science and Engineering A, 2001. vol. 319-321: pp. 544-549.
23. R.M. German, *Powder Metallurgy Science*. Metal Powder Industries Federation ed, ed. n. ed. 1994.
24. G.D. McAdam, *Some relations of powder characteristics to the elastic modulus and shrinkage of sintered ferrous compacts*. Journal of Iron and Steel Institute, 1951: pp. 346-358.
25. A. Bergmark. *Influence of density on PM: Steel fatigue crack initiation and propagation*. in *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*. 2001.
26. E. Mitchell, J. Beaucour, E. Capria, R. Klunder, T. Lafford, J.C. Royer and J.S. Ruiz, *The ESRF: A Synchrotron In Europe's Silicon Valley*. Synchrotron Radiation News, 2014. vol. 27 (3): pp. 15-18.
27. O. Lame, D. Bellet, M.D. Michiel and D. Bouvard, *In situ microtomography investigation of metal powder compacts during sintering*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2003. vol. 200: pp. 287-294.
28. A.Vagnon, O.Lame, D.Bouvard, M.D. Michiel, D.Bellet and G. Kapelski, *Deformation of steel powder compacts during sintering: Correlation between macroscopic measurement and in situ microtomography analysis*. Acta Materialia 2006. vol. 54: pp. 513-522.
29. A.Piotrowski and G.Biallas, *Influence of sintering temperature on pore morphology, microstructure, and fatigue behaviour of MoNiCu alloyed sintered steel*. Powder Metallurgy, 1998. vol. 41: pp. 109-114.
30. M.W. Wu, K.S. Hwang and H.S. Huang, *In-Situ observations on the fracture mechanism of diffusion-alloyed Ni-containing powder metal steels and a proposed method for tensile strength improvement*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2007. vol. 38 A (7): pp. 1598-1607.
31. S.Suresh, *Fatigue of Materials*, ed. C.U. Press. 1998.
32. K.P. Mingard and B. Roebuck, *Mapping complex microstructures in powder metallurgy steels*. Powder Metallurgy, 2010. vol. 53 (3): pp. 191-200.
33. I.d.D. Calderón, *Deformation behaviour of a high strength multiphase steel created via the quenching and partitioning process, at macro and microscales*, in *Instituto Imdea Materiales*. 2013, Carlos III de Madrid: Madrid. pp. 61.
34. A.E.d.N.y.C. (AENOR), *Materiales metálicos sinterizados, excepto metal duro. Materiales metálicos permeables sinterizados. Determinación de la densidad, contenido de aceite y porosidad abierta. (ISO 2738:1999)*. in *UNE-EN ISO 6507-1:2006*. 2000, AEN/CTN 96 - MATERIALES SINTERIZADOS Y SUS MATERIAS PRIMAS.
35. *ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications Metallography of PM Materials*. Vol. 7. 1998.
36. A.E.d.N.y.C. (AENOR), *Materiales metálicos. Ensayo de dureza Vickers. Parte 1: Método de ensayo (ISO 6507-1:2005)*, in *Acero estructural. Instrucción EAE y Normas UNE*. 2006, AEN/CTN 7 - ENSAYOS DE MATERIALES.
37. J. Goldstein, Newbury, D.E., Joy, D.C., Lyman, C.E., Echlin, P., Lifshin, E., Sawyer, L., Michael, J.R, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Third Edition ed, ed. S. US. Vol. 1. 2003. 689.

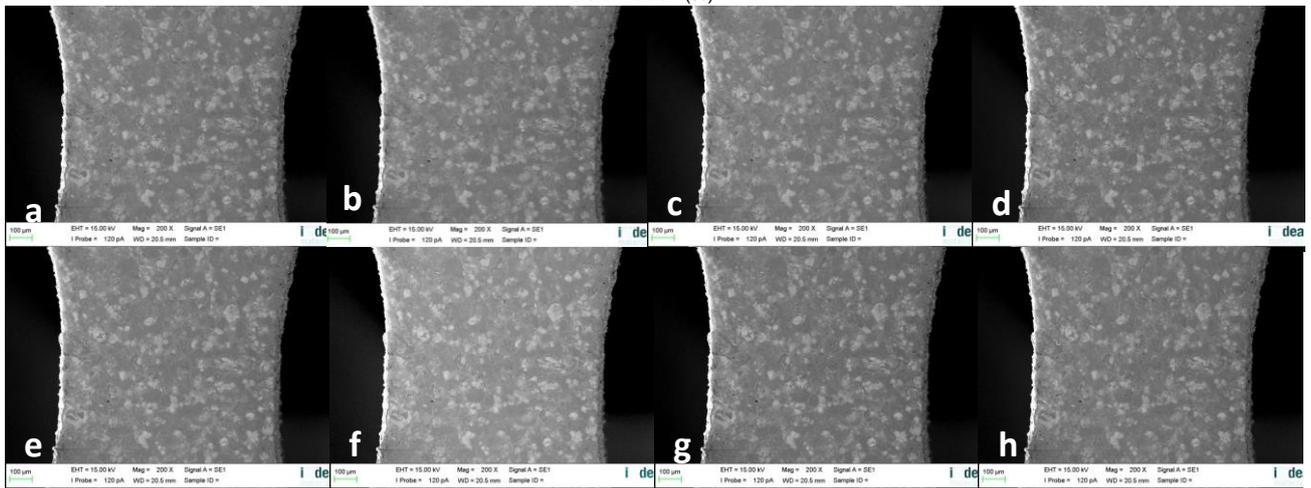
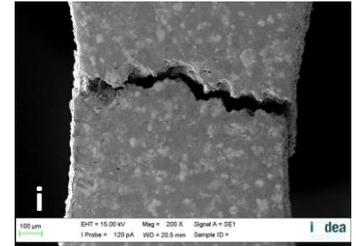
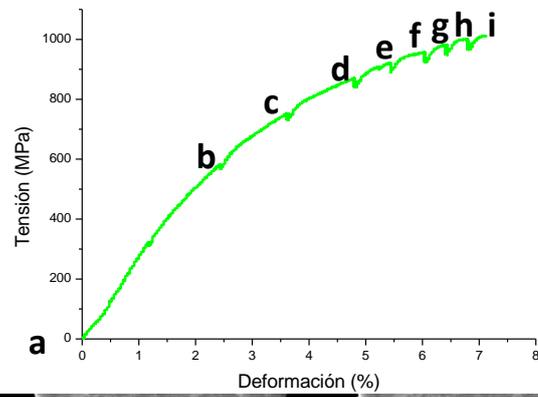
38. R. Cintrón and D.V. Saouma, *Strain Measurements with the Digital Image Correlation System Vic-2D*, in *Department of Civil Environmental and Architectural Engineering*. 2008, University of Colorado: Colorado. pp. 23.
39. C.G. L.P. Canal, J.M. Molina-Aldareguía, J. Segurado and J. Llorca, *Application of digital image correlation at the microscale in fiber-reinforced composites*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2012. vol. 43: pp. 1630-1638.
40. A.Z.-H. M. Eskandari, M. Yadegari, N. Soltani and A. Asghari, *In situ identification of elastic–plastic strain distribution in a microalloyed transformation induced plasticity steel using digital image correlation*. *Optics and Lasers in Engineering*, 2014. vol. 54: pp. 79-87.
41. H. AB, *Polvos de Hierro y Acero Höganäs para Componentes Sinterizados*. 2002.
42. Y.H.Zhao, Y.Z.Guo, Q.Weiz, T.D.Topping, A.M. Dangelewicz and Y.T.Zhu, *Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress-strain curves*. *Materials Science and Engineering A*, 2009. vol. 525: pp. 68-77.
43. N. Candela, F. Velasco and J.M. Torralba, *Fracture mechanisms in sintered steels with 3.5%(wt.) Mo*. *Materials Science and Engineering A*, 1999. vol. 259: pp. 98-104.

8. ANEXO

8.1 ACERO AL CARBONO: Fe-C



8.2 ACERO ALEADO POR DIFUSIÓN: DISTALOY AE



8.3 ACERO PREALEADO Y ALEADO POR DIFUSIÓN: DISTALOY HP1

