

***Máster interuniversitario en integridad estructural y durabilidad de materiales, componentes y estructuras***

---

**TRABAJO FIN DE MASTER**

***Titulo de trabajo:***

ESTUDIO DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE ESPUMAS DE ACERO MEDIANTE LA RUTA PULVIMETALÚGICA PARA SU USO EN COMPONENTES DE ABSORCIÓN DE ENERGÍA

***Entidad colaboradora:*** Fundación ITMA

***Tutor industrial o externo:*** José Manuel Artímez Encina

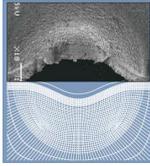
***Departamento:*** Siderometalurgia

***Tutor académico:*** Inés Fernández Pariente

***Departamento:*** Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica

***Universidad de Oviedo***

***Julio 2013***



***Máster interuniversitario en integridad estructural y durabilidad de materiales, componentes y estructuras***

---

**TRABAJO FIN DE MASTER**

***Titulo de trabajo:***

ESTUDIO DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE ESPUMAS DE ACERO MEDIANTE LA RUTA PULVIMETALÚGICA PARA SU USO EN COMPONENTES DE ABSORCIÓN DE ENERGÍA

*Firma*

*José Manuel Artímez*

*Firma*

*Inés Fernández*

*Firma*

*Eduardo Lago*

***Universidad de Oviedo***

***Julio 2013***

## INDICE DE CONTENIDO

<b>MEMORIA</b>	<b>5</b>
<b>1. RESUMEN INTRODUCTORIO</b>	<b>6</b>
<b>2. ANTECEDENTES</b>	<b>7</b>
<b>2.1. Procesos de fabricación de las espumas de acero</b>	<b>7</b>
2.1.1. "Powder Metallurgical" (polvo metalúrgico)	7
2.1.2. "Hollow Spheres" (esferas huecas)	7
2.1.3. "Lotus-Type/Gasar"	8
2.1.4. Otros métodos	9
<b>2.2. Ruta pulvimetalúrgica</b>	<b>12</b>
2.2.1. Componentes de la mezcla de polvos	12
2.2.2. Tipos de mezclado por vía seca	12
2.2.3. Compactación	14
2.2.4. Espumado	14
2.2.5. Tratamientos térmicos posteriores	14
<b>2.3. Caracterización de las espumas de acero</b>	<b>15</b>
2.3.1. Ensayos mecánicos	16
2.3.2. Caracterización microestructural	18
2.3.3. Caracterización morfológica	19
<b>2.4. Aplicaciones</b>	<b>20</b>
2.4.1. Aplicaciones estructurales	20
2.4.2. Aplicaciones no estructurales	23
<b>2.5. Avances necesarios</b>	<b>24</b>
<b>3. OBJETIVOS</b>	<b>25</b>
<b>4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>25</b>
<b>4.1. Equipos utilizados</b>	<b>26</b>
<b>4.2. Diseño de los ensayos</b>	<b>27</b>
4.2.1. Mezclas	27
4.2.2. Análisis térmico	29
4.2.3. Compactación	29
4.2.4. Espumado	31
<b>5. RESULTADOS OBTENIDOS</b>	<b>36</b>
<b>5.1. Análisis térmico</b>	<b>36</b>
<b>5.2. Resultados obtenidos en el proceso de espumado</b>	<b>37</b>
5.2.1. Mezcla 1	37
5.2.2. Mezcla 2	38
5.2.3. Mezcla 3	38
5.2.4. Mezcla 4	38
5.2.5. Mezcla 5	39
5.2.6. Mezcla 6	39
5.2.7. Mezcla 7	40
5.2.8. Mezcla 8	40
5.2.9. Mezcla 9	41
5.2.10. Mezcla 10	41
<b>5.3. Micrografías</b>	<b>42</b>
5.3.1. P1-1	42
5.3.2. P2-1	43

5.3.3.	P6-2	44
5.3.4.	P7-3	45
5.3.5.	P9-1	46
<b>6.</b>	<b>DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS</b>	<b>47</b>
<b>7.</b>	<b>CONCLUSIONES RELEVANTES</b>	<b>48</b>
<b>8.</b>	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>50</b>

# MEMORIA

# 1. RESUMEN INTRODUCTORIO

El presente estudio tiene como objetivo estudiar el proceso de fabricación de las espumas de acero mediante la ruta pulvimetalúrgica (PM) para su uso en componentes de absorción de energía.

Las espumas de acero son materiales porosos con una densidad relativa baja. Permiten la elaboración de componentes con un peso reducido y elevadas rigideces, lo que les confiere unas propiedades adecuadas para la amortiguación mecánica y otras aplicaciones estructurales.

En primer lugar se realizará una descripción de los principales procesos de fabricación de las espumas de acero, prestando especial atención a la ruta pulvimetalúrgica por ser la que se seguirá en este trabajo. Se estudiará la influencia de los parámetros de fabricación en las propiedades estructurales y mecánicas de las espumas resultantes. Y por último, se mencionarán las principales aplicaciones.

Después de describir el estado del arte de las espumas de acero, y los objetivos que se buscan con la realización del presente proyecto, se procederá a detallar la parte experimental del mismo.

En la parte experimental se hará una descripción del trabajo realizado mencionando los pasos a seguir. Primero se explicará la preparación y mezclado de los componentes de los polvos metalúrgicos, después se explicará el proceso de compactado de los mismos, y por último, el proceso de espumado. En cada caso se describirán los parámetros que se han de controlar para la elaboración de las espumas de acero.

También se hará referencia a los ensayos y mediciones realizados sobre los polvos metalúrgicos antes y después de espumar.

Por último, se realizará una valoración de los resultados obtenidos, y se mostrarán cuales han sido las conclusiones más relevantes a las que se han llegado en este proyecto.

## 2. ANTECEDENTES

Las primeras referencias de espumas metálicas en la bibliografía datan de los años 40 y 50, si bien son estudios vagamente documentados.

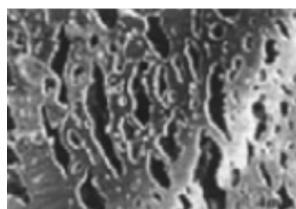
A partir de la década de los 80 se estudian más en profundidad las técnicas empleadas y da lugar a una mayor publicación de artículos sobre los estudios de las espumas de metal.

Hoy en día existe una gran variedad de métodos para la fabricación de las espumas de metal, ya sean de porosidad abierta o cerrada. Gran parte de la investigación y desarrollo de las espumas de metal en el pasado se ha llevado a cabo mediante una base empírica, sin un conocimiento detallado de los mecanismos subyacentes del proceso de formación de la espuma, lo que implica una mayor dificultad a la hora de reproducir los ensayos con exactitud.

### 2.1. Procesos de fabricación de las espumas de acero

#### 2.1.1. “Powder Metallurgical” (polvo metalúrgico)

Es el método más empleado. Inicialmente se desarrolló para emplearlo con las espumas de aluminio y fue uno de los primeros métodos en emplearse para la fabricación de las espumas de acero. Se consiguen estructuras de porosidad cerrada con morfologías altamente anisotrópicas (*véase figura 1*). Se pueden conseguir densidades relativas entre 0,04-0,65 [2].



*Figura 1: Espuma de acero obtenida mediante la ruta pulvimetalúrgica.*

El método del polvo metalúrgico implica mezclar polvo de hierro, grafito y un agente espumante para formar una mezcla que se compacta y sinteriza. Posteriormente, se introduce en un horno y se lleva hasta el punto de fusión manteniéndolo durante unos minutos para conseguir el espumado. Y finalmente, se somete a un tratamiento térmico para mejorar la estructura cristalina del metal base [2].

En el apartado 2.2, se realizará una descripción más detallada del proceso de fabricación, parámetros y caracterización mecánica y morfológica de las espumas de acero fabricadas mediante la ruta PM tomando como referencia los estudios ya realizados por otros grupos de investigadores.

#### 2.1.2. “Hollow Spheres” (esferas huecas)

Es uno de los métodos más empleados en la obtención de espumas de acero. Este proceso implica introducir unas esferas huecas de metal dentro de una matriz metálica, en la cual son consolidadas mediante una matriz adhesiva. Posteriormente se comprime para mejorar el contacto entre las esferas y después se sinteriza. Permite obtener densidades

relativas bajas, entre 0,04-0,21 (4-21%), pero no altas. La morfología de las celdas o poros puede ser cerrada o abierta, y los huecos que se obtienen son los del interior de las esferas y los que hay entre las esferas (véase figura 2) [2].

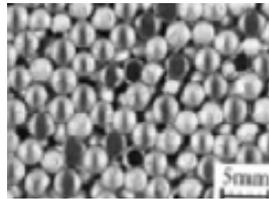


Figura 2: Esferas huecas.

### 2.1.3. “Lotus-Type/Gasar”

Este método posee la ventaja de que puede adaptarse fácilmente a un proceso de fundición continua. Consiste en introducir hidrógeno o una mezcla de hidrógeno y helio a una cierta presión en el acero en estado líquido. Mientras solidifica el gas se escapa dejando unas celdas con forma de chimenea. Con este método se pueden producir espumas de acero con densidades relativas elevadas de entre 0,36-1. Se obtienen espumas con una morfología altamente anisótropa, sin posibilidad de que sea isótropa, y con celdas cerradas y alineadas en la dirección del desprendimiento gaseoso (véase figura 3) [2].

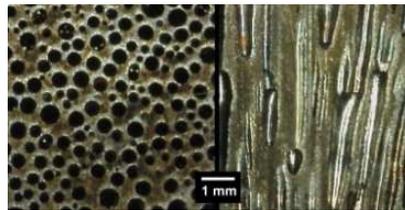
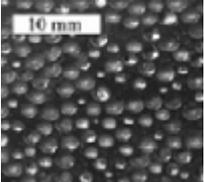
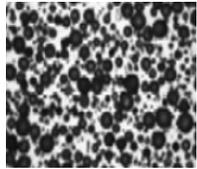
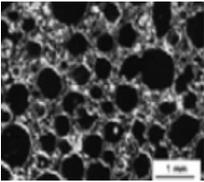
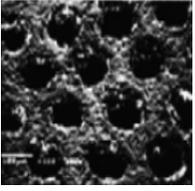
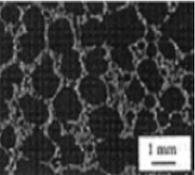
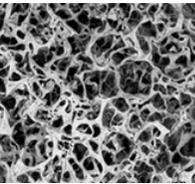


Figura 3: Corte transversal y longitudinal de una espuma metálica obtenida mediante el proceso Lotus type/Gasar.Lotus type/Gasar.

### 2.1.4. Otros métodos

Tabla 1: Otros métodos de fabricación de las espumas de acero [2].

PROCESO	MORFOLOGÍA	VARIABLES PRIMARIAS	DENSIDAD MÍNIMA	DENSIDAD MÁXIMA	TIPO DE POROSIDAD	NOTACIONES SOBRE LA MORFOLOGÍA	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Combinación PM/hollow spheres		Material de la matriz, se puede hacer de fundición en lugar de PM	0,32	0,43	Cerrada	Se ha de espumar en una estado semisólido.	Comportamiento altamente predecible. No colapsan las bandas de deformación hasta la densificación.	-
Moldeo por inyección con bolas de cristal		Tipos de cristal	0,48	0,66	Cerrada	Las bolas de cristal dan forma a los poros, pero incrementan la fragilidad.	Posibilidad de densidades relativas elevadas.	Posibles reacciones químicas con el cristal. El cristal puede romperse durante el proceso.
Óxido cerámico como precursor de las espumas		Precursor cerámico o de cemento	0,13	0,23	Abierta	Formas poligonales a pequeña escala. Quedan residuos de la reacción.	Espumado a temperatura ambiente. Son posibles formas complejas. Equipamiento estándar.	-

PROCESO	MORFOLOGÍA	VARIABLES PRIMARIAS	DENSIDAD MÍNIMA	DENSIDAD MÁXIMA	TIPO DE POROSIDAD	NOTACIONES SOBRE LA MORFOLOGÍA	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Preparación y sinterizado de barras bimaternal		Tipos de preparación antes de sinterizar. Materiales de relleno.	0,05	0,95	Abierta	Anisotropía controlable	Amplio rango de densidades. El control de la anisotropía	–
Sinterización de las espumas por reacción deslizando		Dispersante, agente espumante y cantidades relativas.	0,12	0,41	Abierta	Gran variedad de diámetros en los poros.	Muchos parámetros del proceso optimizables. Espumado a temperatura ambiente.	–
Precursor de espuma de polímero		Material del polímero usado.	0,04	0,11	Abierta	Los poros toman cualquier característica que tenga la espuma de polímero.	Estructura de celda abierta de baja densidad para aplicaciones de insonorización y para filtrar.	Demasiado débil para la mayoría de las aplicaciones estructurales.

PROCESO	MORFOLOGÍA	VARIABLES PRIMARIAS	DENSIDAD MÍNIMA	DENSIDAD MÁXIMA	TIPO DE POROSIDAD	NOTACIONES SOBRE LA MORFOLOGÍA	VENTAJAS	DESVENTAJAS
Soporte de los huecos en los polvos		Material de relleno, forma de los huecos y gradación del material.	0,35	0,95	Cerrada	La porosidad puede clasificarse a través del material.	La porosidad puede clasificarse a través de una amplia gama a través del material.	

## 2.2. Ruta pulvimetalúrgica

### 2.2.1. Componentes de la mezcla de polvos

AGENTE ESPUMANTE: los más empleados suelen ser carbonato de estroncio ( $\text{SrCO}_3$ ), carbonato de magnesio ( $\text{MgCO}_3$ ) o carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ). El porcentaje en peso empleado en los estudios realizados en otras investigaciones suele oscilar entre 0,2-1 %, siendo el valor de 0,25 % el que mejores resultados ofrece [1,5]. Cada tipo de agente espumante proporciona unas características diferentes a la espuma de acero y tienen diferente temperatura de descomposición ( $T_D$ ). La temperatura de descomposición del  $\text{SrCO}_3$  ronda los 1290 °C, la del  $\text{MgCO}_3$  ronda los 1310 °C y la del  $\text{CaCO}_3$  ronda los 825 °C [1].

La reacción que da lugar a la descomposición del agente espumante es la siguiente:



El  $\text{CO}_2$  liberado es el causante del espumado al expandirse en el interior de la muestra compactada cuando ésta alcanza cierto estado de viscosidad.

POLVO DE HIERRO: es el componente principal de la mezcla y está formado por hierro en polvo de alta pureza.

CARBONO (C): se emplea grafito como fuente del carbono. Los porcentajes de carbono oscilan entre el 2-4 %, siendo el valor de 2,5 %C el que ha sido empleado en un estudio utilizado en el presente trabajo como referencia inicial [1]. El contenido de C influye en la temperatura de espumado ( $T_E$ ), ya que cuanto mayor es, menor es la temperatura de fusión de la fundición ( $T_F$ ). Como es bien sabido, un aumento del contenido en carbono de una fundición hipoeutéctica baja su punto de fusión y disminuye la diferencia entre las temperaturas sólidas y líquidas. Es fundamental definir el contenido de carbono adecuado al objeto de que la temperatura de fusión del material a espumar ( $T_F$ ) sea ligeramente superior a la temperatura de descomposición del agente espumante ( $T_D$ ); condición imprescindible para la formación de la estructura celular.

### 2.2.2. Tipos de mezclado por vía seca

MEZCLADO CON TALADRO (“drill mixing”): es un método sencillo y barato en el cual la mezcla de polvos es introducida en un recipiente vacío y agitada por un eje rotatorio que posee unas aspas. La desventaja de este método es que puede haber segregación en los polvos. Lo idóneo es disponer el recipiente cilíndrico en posición horizontal y hacer que gire también para que los polvos queden homogéneamente distribuidos [3].

El tamaño de los poros tiende a ser relativamente grande (> 5 mm) con una forma de elipsoide achatado más que esférica. Los poros presentan paredes lisas con pocas irregularidades superficiales (véase figura 4).

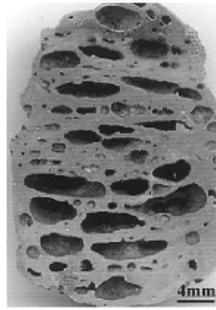


Figura 4: Espuma resultante tras mezcla con taladro.

**MOLINO DE BOLAS (“ball milling”)**: consiste en una vasija refrigerada mediante un circuito de agua, en cuyo interior hay dispuestas unas aspas y unas bolas de acero de aproximadamente 5 mm de diámetro que giran libremente. El volumen ocupado por las bolas y los polvos ha de ser inferior al 50 %, para que haya espacio suficiente y que la mezcla sea homogénea.

Con este método se obtiene una distribución más homogénea y los poros tienden a ser ligeramente más pequeños, pero con una forma elipsoidal más achatada que en el caso anterior. La mayoría de las paredes de los poros presentan irregularidades (véase figura 5) [3].

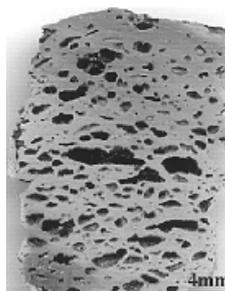


Figura 5: Espuma resultante tras mezcal con molino de bolas.

Este tipo de mezcla, en función de los parámetros empleados, puede producir una aleación mecánica. Esta tiene lugar cuando la mezcla de polvos queda atrapada en los puntos de contacto de las bolas.

**MOLINO CRIOGÉNICO (“cryomilling”)**: este método es idéntico al del molino de bolas salvo que en este caso se emplea como refrigeración nitrógeno líquido. Este método permite producir polvos muy finos y muy homogéneos debido a la baja ductilidad de las partículas a temperatura criogénica.

Es el método con el que se obtiene la mejor distribución de la porosidad y un menor tamaño de poros, pero las celdas tienen una forma muy achatada que se extiende horizontalmente y no son equiáxicas (véase figura 6).



*Figura 6: Molino criogénico.*

El tiempo de mezclado para estos tres métodos depende del volumen que ocupa el polvo metálico y de la velocidad de giro de las aspás. Para el caso de “ball-milling” los valores de referencia que se dan en los estudios consultados son de 90 minutos a 56 rpm ó 30 minutos a 200 rpm. En el caso de “drill-mixing” la única referencia que se ha encontrado en la bibliografía es un tiempo de mezclado de 75 min [3].

El proceso de mezclado es un paso clave para obtener una mezcla homogénea, y que así, la estructura porosa de la espuma de acero también lo sea.

### 2.2.3. Compactación

Una vez realizada la mezcla mediante alguno de los tres métodos señalados es necesario llevar a cabo la compactación de la misma. La compactación se puede realizar en frío o en caliente. El método más empleado en los trabajos consultados es la compactación en frío mediante carga uniaxial. Los polvos se introducen en el interior de un molde y se les somete a una presión de entre 250 y 1000 MPa, aunque las presiones más empleadas oscilan entre los 800 y 1000 MPa [1,3,5]. Las muestras resultantes son unas pastillas con la forma del molde empleado y virtualmente no porosas.

### 2.2.4. Espumado

El programa de calentamiento es fundamental en la obtención de la espuma de acero. El espumado se consigue calentando la muestra compactada dentro de un horno, precalentado a una cierta temperatura, a una velocidad del orden de 30 °C/min hasta alcanzar la temperatura de espumado ( $T_E$ ), que idealmente debería ser sobre unos 30°C superior a la temperatura de descomposición ( $T_D$ ) del agente espumante. Si  $T_D$  es mucho menor que  $T_E$  se puede producir una sobrepresión en el interior de la muestra al encontrarse en un estado poco viscoso y ocasionar la rotura de la muestra. Si  $T_D$  es mucho más elevada que  $T_E$  entonces las partículas de agente espumante se disolverán en el líquido o difundirán hacia la superficie del caldo metálico. El tiempo de permanencia a la temperatura de espumado ( $T_E$ ) es crítico. Los tiempos en los estudios de referencia [1,3,5] oscilan entre 3 y 8 minutos, obteniéndose los mejores resultados para tiempos entre 4-5 minutos. En función del tiempo de permanencia podemos controlar la densidad relativa (grado de espumado), siendo menor cuanto menos tiempo esté la muestra en el horno, y mayor, cuanto más tiempo esté. Si el tiempo de permanencia a la temperatura de espumado  $T_E$  no es suficiente, no se permite el crecimiento de los poros, y si es demasiado prolongado, entonces se produce la coalescencia de los poros y el colapso de la muestra.

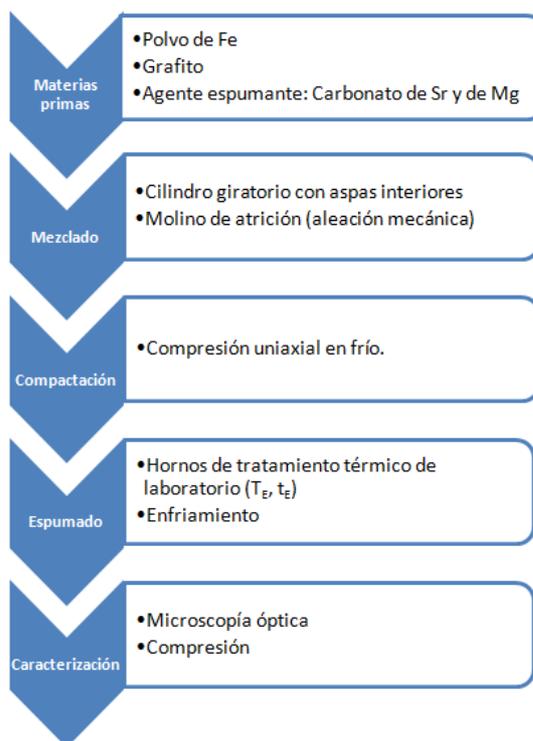
### 2.2.5. Tratamientos térmicos posteriores

En algunos casos es necesario realizar tratamientos térmicos posteriores para mejorar las propiedades de las espumas.

Las espumas de acero fabricadas mediante la ruta PM presentan un alto contenido en grafito en la etapa de espumado por las razones comentadas anteriormente. En realidad se está espumando un polvo de hierro con un contenido de carbono correspondiente a una fundición. Al objeto de reducir el contenido en carbono y poder generar por tratamiento

térmico una microestructura características de un acero, es necesario descarburizar la espuma y emplear la ruta de enfriamiento adecuada. La temperatura de tratamiento suele ser de unos 1000°C y la duración del mismo depende del contenido de carbono, aunque lo habitual suelen ser tiempos de mantenimiento superiores a 1 h [1]. Finalmente, la espuma deber ser sometida a un tratamiento térmico a menor temperatura para dotarla de las propiedades mecánicas finales.

En la siguiente gráfico se muestra un esquema de las etapas que se acaban de describir; parte de las cuales se han analizado en el presente trabajo.



## 2.3. Caracterización de las espumas de acero

La medida experimental de las propiedades de las espumas de acero difiere bastante dependiendo del método de fabricación y de la aplicación.

Las técnicas de ensayo a las que se pueden someter las espumas de acero son: compresión, tracción, flexión, impacto, fatiga, indentación, medida de la densidad relativa, atenuación de vibraciones, conductividad térmica, etc.

En la actualidad se está trabajando para estandarizar los ensayos de compresión por parte de la Organización Internacional de Normalización (ISO) con la norma en estado de borrador ISO/DIS 13314. Sin embargo se ha de trabajar para normalizar otro tipo de ensayos como los de fatiga, tracción, cortadura, etc.

Es importante realizar una caracterización de la microestructura pues esta nos da información relevante sobre los fenómenos que han tenido lugar durante el proceso de espumado y de las características finales de la espuma en el estado final de tratamiento térmico. Para poder predecir el comportamiento de las espumas de acero se tienen que

hacer, además, mediciones del tamaño, la forma y distribución de los poros, que serán diferentes en función del método empleado en su fabricación. Se hace necesario conseguir estructuras porosas con distribución, forma y tamaño de los poros lo más homogéneas posibles para poder predecir su comportamiento con mayor facilidad.

Cualquier irregularidad en la porosidad provocará comportamientos experimentales heterogéneos.

### 2.3.1. Ensayos mecánicos

Las probetas que van a ser ensayadas se cortan con unas dimensiones estándar para todas ellas, y así poder comparar resultados.

El ensayo más empleado para estudiar el comportamiento de las espumas de acero producidas mediante la ruta PM es el de compresión mediante carga axial. Antes de realizar los ensayos las muestras han de ser sometidas al tratamiento térmico de recocido explicado anteriormente. En los estudios de referencia las velocidades de compresión comúnmente empleadas son de unos 2 mm/min [6].

Las probetas sometidas a ensayos de compresión presentan una curva característica de tensión-deformación en la que se puede distinguir una tensión crítica donde la pendiente de la curva tensión-deformación cambia de un alto valor a prácticamente cero (etapa II en la curva de la Figura 7). Si se tratase de una probeta sin tratamiento térmico tendría un aspecto más aserrado debido a que las probetas se fracturan de una forma más frágil por el elevado contenido en carbono. En la siguiente gráfica (véase figura 7) se pueden observar las diferentes etapas de deformación que sufre una espuma durante un ensayo de compresión [4].

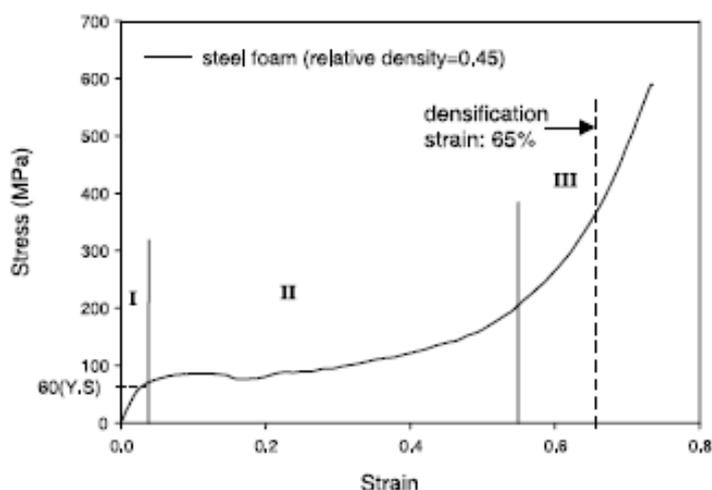


Figura 7: Curva tensión-deformación.

**Región I:** la tensión crítica, que marca el final de la deformación elástica y el comienzo del colapso de la espuma, se toma como la resistencia a la compresión.

**Región II:** se observa una larga meseta de deformaciones con tensiones casi constantes en la cual las paredes de las porosidades se aplastan y colapsan.

**Región III:** la meseta termina y la tensión comienza a aumentar bruscamente, como consecuencia de la densificación inducida por el colapso de las paredes celulares.

Mediante el ensayo de compresión se puede determinar el límite elástico, la tensión característica de la región de colapso, la cantidad de energía absorbida y el porcentaje de deformación para el cual se produce la densificación; parámetros fundamentales en el diseño de componentes diseñados para absorber eventuales impactos.

#### Mecanismo de colapso

Para estudiar los mecanismos de colapso se detienen los ensayos para deformaciones del 10, 20, 30 y 50 % y se analiza la estructura de los poros. Durante el proceso se pueden observar varias bandas de deformación discreta perpendiculares a la carga aplicada. Se inician en la parte superior de la probeta y se propagan hacia abajo formándose la siguiente banda una vez que se ha colapsado la que la precede; y así hasta que se produce la densificación de la misma aumentando la tensión bruscamente. La densificación suele ocurrir para deformaciones que varían entre el 55-70 % [4,6].

#### Densidad relativa

En el comportamiento mecánico de las espumas de acero tienen una gran influencia la densidad de las mismas. Los límites elásticos suelen variar entre 1 MPa para espumas de baja densidad relativa y 300 MPa para altas densidades relativas. En espumas de acero con densidad relativa del 50% la resistencia a compresión varía entre 100 MPa y 300 MPa para morfologías altamente anisotrópicas y tratadas térmicamente [2].

#### Absorción de energía

Ocurre principalmente en la región II (denominada “meseta de tensiones”) debido al aplastamiento de las paredes de los poros. La absorción de energía está representada por el área encerrada debajo de la curva compresión-deformación y es muy útil para comparar espumas con diferentes densidades relativas. Según las referencias bibliográficas empleadas, una espuma realizada mediante la ruta PM, que posea una densidad relativa del 50 % y una deformación del 50 %, la energía que puede llegar a absorber varía entre 40 MJ/m<sup>3</sup> y 100 MJ/m<sup>3</sup>. Las irregularidades en los poros disminuyen la capacidad de absorción [4,6].

#### Relación de la velocidad de deformación con el límite elástico y la absorción de energía

Esta relación se determina mediante los ensayos de compresión. Como se puede ver en la gráfica siguiente (*véase figura 8*) [4], en la que cada punto representa el promedio de tres muestras de espumas de acero ensayadas a compresión. Dichas probetas se han fabricado mediante la ruta PM y con probetas que poseen una densidad relativa de 0,45. La dependencia entre el límite elástico y la velocidad de deformación es aparentemente bilinear, mostrando una fuerte pendiente para velocidades de deformación superiores a  $3,3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , sin embargo la dependencia es menor para velocidades inferiores. La relación entre la velocidad de deformación y la absorción de energía es lineal (*véase figura 9*). Esta relación corresponde a espumas de acero realizadas mediante la ruta PM y con densidades relativas entre 0,53 y 0,54. La energía absorbida se midió para deformaciones del 50 %.

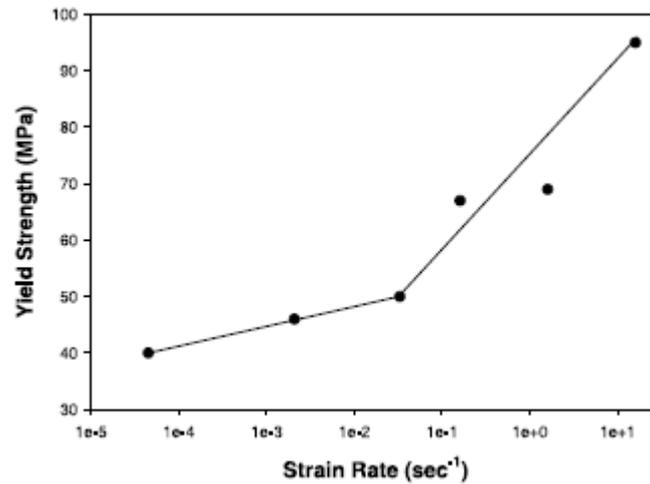


Figura 8: Dependencia entre la velocidad de deformación y el límite elástico.

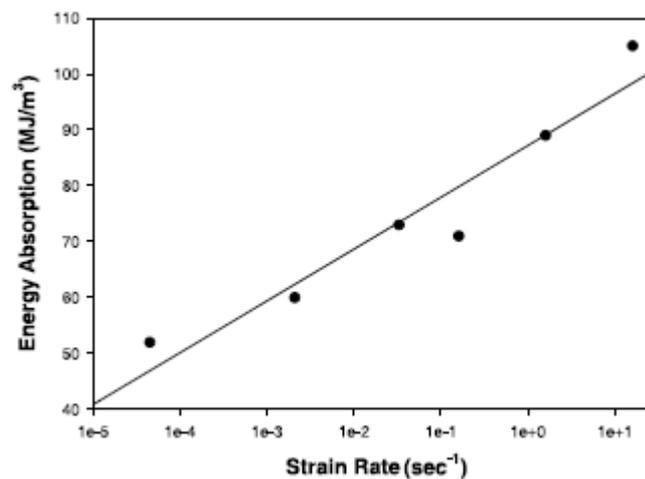


Figura 9: Dependencia entre la velocidad de deformación y la absorción de energía.

### 2.3.2. Caracterización microestructural

En las investigaciones de referencia se hizo una caracterización metalográfica para conocer las fases presentes en las espumas de acero y si son fases frágiles. Las espumas de acero sin un tratamiento térmico de recocido tienen una microestructura perlítica rodeada por una película semicontinua de ferrita más cementita (véase figura 10) [1]. Es la microestructura característica de un acero con elevado contenido en carbono; contenido necesario para bajar la temperatura de fusión del material. Después de un tratamiento térmico de recocido durante al menos una hora a unos 900-1000 °C, cuyo objetivo es la descarburización del material, se consigue una microestructura formada principalmente por ferrita y cementita (véase figura 11). Este material, con menor contenido en carbono, se puede someter por último a un tratamiento térmico para dotarle de la microestructura y propiedades mecánicas finales.

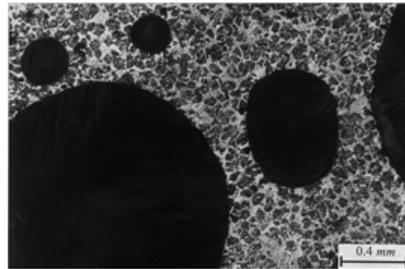


Figura 10: Microestructura antes del tratamiento de recocido. Acero hipereutectoide.

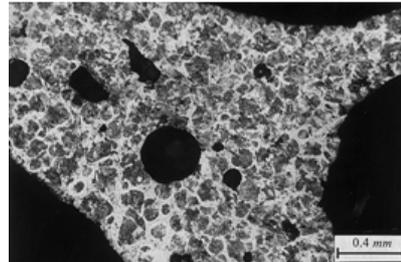


Figura 11: Microestructura después del tratamiento de recocido. Acero hipoeutectoide.

### 2.3.3. Caracterización morfológica

También se hizo una medición los parámetros geométricos de interés de las espumas, tanto de la distribución de los poros (que ha de ser lo más homogénea posible), como de la morfología de las celdas (véase figura 12) [3].

#### Morfología de las celdas

Las espumas de acero obtenidas mediante la ruta PM presentan una estructura interna principalmente anisotrópica, debido a que los poros tienen una morfología elipsoidal con ciertas irregularidades en sus paredes internas y que no tienen un tamaño homogéneo. Estos defectos provocan que se reduzca su módulo y resistencia en aproximadamente un 70 %. Los principales defectos que provocan la disparidad entre los resultados teóricos y los prácticos del límite elástico residen en las paredes de las celdas curvas y corrugadas, en las paredes delgadas o inexistentes y en los dominios con alta densidad relativa. La morfología de los poros varía en función del método de mezclado como se explicó anteriormente, pero según los estudios de referencia consultados los poros con morfología esférica y sin irregularidades presentan un mejor comportamiento y más predecible.

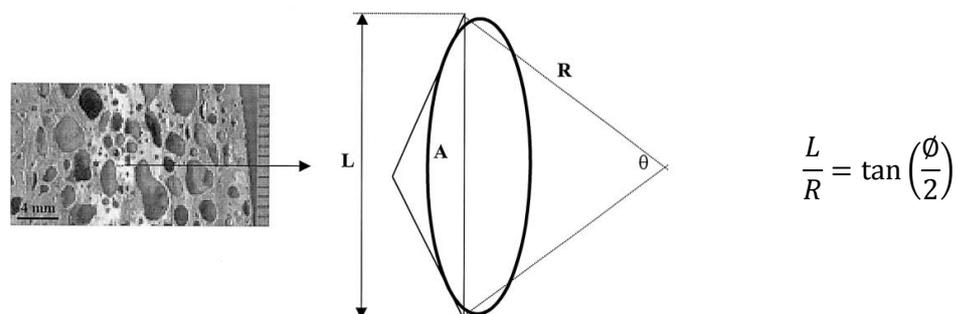


Figura 12: Medida de la curvatura de las paredes de los poros.

Distribución y tamaño de los poros

Cuanto más homogénea es la distribución de la porosidad y el tamaño de los poros en una espuma de acero, más predecible es su comportamiento, ya que si no son uniformes varía el comportamiento de unas espumas a otras dificultando su estudio para que sean aplicadas en la ingeniería civil.

## 2.4. Aplicaciones

En la actualidad, la aplicación a gran escala de las espumas de acero en la ingeniería civil es muy limitada, por lo que representa una oportunidad única. Pero todavía hay algunas dificultades que impiden que aumente la adopción y demanda de las espumas de acero. Se podría comparar su uso con el de las espumas de aluminio, que ya está más extendido, pero con las ventajas que supone utilizar espumas de acero en lugar de las de aluminio.

Las posibles aplicaciones pueden ser tanto estructurales como no estructurales. Las principales ventajas son:

VENTAJAS ESTRUCTURALES	VENTAJAS NO ESTRUCTURALES
Mejora de la relación rigidez-peso al disminuir este último	Disminución de la conductividad térmica
Incremento de la amortiguación mecánica	Aislamiento o absorción acústica
Incremento de la disipación o absorción de energía	Intercambiador de calor
Modificación de la frecuencia de vibración	Protección frente a la radiación y el electromagnetismo
	Unión de materiales térmicos disimilares

Queda mucho trabajo para que estas ventajas se puedan aplicar en la práctica dentro de la ingeniería civil.

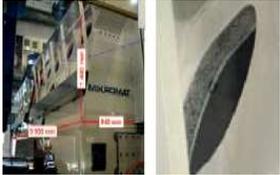
### 2.4.1. Aplicaciones estructurales

Las espumas de acero presentan una excelente relación rigidez-peso que las hacen ideales para estructuras en las que existen restricciones en el peso. Los ensayos de compresión han demostrado que las espumas de acero tienen una gran capacidad para la absorción de energía, por lo que es muy útil en los casos en que se necesite absorber energía de impactos o explosiones. Algunas de las ventajas estructurales que todavía no se han demostrado son la eliminación del pandeo tanto para barras como para placas, la conversión de modos de pandeo inestable en pandeo estable y también en casos en los que hay alta velocidad de deformación con bajo número de ciclos a fatiga.

En la siguiente tabla (*véase tabla 2*) se muestran algunos ejemplos de las posibles aplicaciones estructurales de las espumas de acero.

Tabla 2: Aplicaciones estructurales [2].

Tipo de aplicación: prototipo o en producción	Características mejoradas					Utilidad en la ingeniería civil
	Peso W	Rigidez K	Energía En	Amortiguación c	Frecuencia f	
Barras de espuma de acero, bielas, placas sándwich 	X	X	X			Aplicaciones en las que ya se emplea espuma de aluminio y que se puede sustituir por espuma de acero.
Paneles sándwich para suelos y paredes 	X	X				Posibilidad de producción en masa. Amplia variedad de regímenes de rigidez a flexión frente a peso.
Balcón plataforma y losas para suelos de garajes 	X	X				Pueden soportar cargas incluso localizadas si están bien distribuidas, ya que cumple requisitos de resistencia y flecha. Se reduce el peso un 75% frente al hormigón.

Tipo de aplicación: prototipo o en producción	Características mejoradas					Utilidad en la ingeniería civil
	Peso W	Rigidez K	Energía En	Amortiguación c	Frecuencia f	
Brazos de grúas y soportes 	X	X				Pueden producirse vigas de espumas de metal que pueden soportar grandes cargas, incluso se han ensayado satisfactoriamente a fatiga los brazos de grúa. Permiten reducción de peso, aumentando así la elevación máxima.
Bienes de equipo 		X		X	X	Los paneles de espuma de metal pueden ser modificados para las características de vibración deseadas (ej.: traviesas para alta velocidad).
Conos de cohetes 	X	X			X	Son posibles estructuras con forma de cono. Se pueden cumplir las fuertes restricciones dinámicas y son más baratas.
Componente para la absorción de impactos 			X			La absorción de energía cinética es uno de los fuertes de las espumas de metal. En los vehículos, una menor deceleración reduce los efectos dinámicos y se mejora la seguridad del conductor.

## 2.4.2. Aplicaciones no estructurales

Además de las mencionadas aplicaciones estructurales, las espumas de acero también pueden ser empleadas con un fin no estructural, ya sea en casos de conductividad térmica, en acústica, como retardantes de incendios, en transporte de aire y fluidos y para blindajes o protecciones. En la siguiente tabla se pueden ver unos ejemplos de aplicaciones no estructurales (véase tabla 3) [2].

Tabla 3: Aplicaciones no estructurales.

Tipo de aplicación: prototipo o en producción	Características mejoradas					Utilidad en la ingeniería civil
	Térmica $\alpha_t$	Fuego F	Acústico $c_L$	Transporte de energía q	Blindaje h	
Formas de frío industrial y partes espumadas genéricas.	X					Reducción de la conductividad térmica; podría ayudar en los problemas de los puentes térmicos en las aplicaciones del acero.
Escudo térmico metal-cerámico e implantes biomédicos.	X					Las espumas de acero permiten la unión de materiales con distinta expansión térmica obteniendo gran beneficio.
Retardantes de fuego.	X	X				Para la resistencia integral contra el fuego en componentes de acero. Herramientas de modelado avanzado en esta aplicación.
Intercambiadores de calor.	X	X				Las espumas de acero con morfología de celdas abiertas permiten el transporte de fluidos debido a su alta conductividad. Potencial aplicación en paredes para ser integradas con calefacción, ventilación y aire acondicionado (HVAC, siglas en inglés).

Tipo de aplicación: prototipo o en producción	Características mejoradas					Utilidad en la ingeniería civil
	Térmica $\alpha_t$	Fuego F	Acústico $c_L$	Transporte de energía q	Blindaje h	
Amortiguadores en puentes, silenciadores para escapes de coches y usos generales.	X					Posibilidad de empleo en amortiguadores de sonido y reguladores de frecuencia en puentes y raíles.
Escudo protector frente al electromagnetismo y radiación.	X					Posibilidad de uso para la protección de infraestructuras enterradas, en componentes de instalaciones críticas.

## 2.5. Avances necesarios

Los estudios actuales demuestran que las espumas de metal, y en particular las de acero, son viables y tienen un gran potencial para su aplicación en múltiples campos. Sin embargo, se ha de hacer hincapié en ciertos aspectos de las investigaciones actuales para corregir y uniformizar el proceso de fabricación y sus parámetros. La caracterización de las espumas de acero y disponer de una normativa sobre los ensayos que facilite la transmisión y comparación de datos y que permita guiar a la industria hacia objetivos comunes son también otros aspectos que se han de tratar para que así se incremente el uso de las espumas de acero.

Se necesita realizar una investigación experimental, analítica y computacional de las espumas de acero con alta densidad relativa. Dichas espumas proporcionan unas buenas propiedades estructurales y no estructurales con la menor reducción de la resistencia efectiva y el módulo.

En relación a las propiedades de las espumas de acero hay algunas que se han estudiado poco o nada, entre ellas se incluyen el comportamiento a tracción y a fatiga para un bajo número de ciclos. También ha habido algún estudio sobre la tensión última para la deformación de densificación y la relación de Poisson pero no con suficiente detalle.

Si se quiere que se generalice el uso de las espumas de acero en la ingeniería civil se han de realizar estudios más exhaustivos sobre la unión de las espumas de acero, ya sea mediante ensamblaje o soldadura.

Los análisis de los modelos computacionales microestructurales suponen una excelente herramienta para comprender mejor el comportamiento de las espumas de acero, pudiendo emplearse los resultados experimentales en la homogeneización y calibración de los modelos de plasticidad continua para la fabricación de las espumas de acero. Los modelos microestructurales incorporan cierta incertidumbre, por lo que se necesitan crear estructuras porosas, contactos y fracturas más realistas.

Se hacen necesarios unos ejemplos prácticos de la aplicación de las espumas de acero en la ingeniería civil y de sus ventajas estructurales y no estructurales, así como completar las ventajas que suponen la mejora de ciertas características como la térmica, la acústica y la relación entre el peso y la rigidez. Como ejemplo de algunas aplicaciones tenemos: aumento de la absorción de energía por medio de la reducción del pandeo en elementos con cierta esbeltez, paneles ligeros para paredes y suelos, fusibles para la disipación de energía en los seísmos, raíles con frecuencia de vibración modificada para trenes de alta velocidad y otras aplicaciones.

### **3. OBJETIVOS**

El objetivo de este proyecto es tratar de conocer los principales parámetros de proceso que son necesarios tener en cuenta en el proceso de fabricación de las espumas de acero mediante la ruta PulviMetalúrgica (PM) para su aplicación en la absorción de energía.

Un objetivo secundario, que dependía del éxito obtenido en la elaboración de las espumas, era caracterización de la estructura geométrica (distribución, tamaño y forma de los poros, y también los defectos o irregularidades), la microestructura interna de las paredes y las propiedades mecánicas mediante ensayos mecánicos de compresión (para estudiar su comportamiento en la absorción de energía). Sin embargo, por las razones expuestas más adelante, no fue posible la elaboración de espumas con calidad mínima para llevar a cabo tal caracterización.

### **4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

Se han consultado varios artículos que han servido de referencia [1,3,5]. Aunque nos proporcionan ciertos parámetros del proceso de fabricación, es difícil reproducir exactamente lo que se ha hecho en otras investigaciones por la falta de detalles. En primer lugar, se determinó la proporción de cada elemento constitutivo de los polvos. La mezcla empleada está compuesta por polvo de hierro (Fe), grafito (carbono, C) y un agente espumante. En los estudios de referencia los porcentajes que mejores resultados ofrecen son un 2,5 % C y un 0,25% de  $S_2CO_3$  o  $MgCO_3$ . Cada tipo de agente espumante proporciona unas características diferentes y tienen una temperatura de descomposición diferente como se explicó en los antecedentes. Se utilizaron los dos tipos para comprobar las posibles diferencias en los resultados.

Para el mezclado se emplearon los métodos conocidos como “drill-mixing” y “ball-milling”, en los que la mezcla se realiza en seco, para poder comprobar la diferencia que ofrece emplear un tipo u otro.

La compactación de las probetas se realizó mediante carga uniaxial en frío. En este caso se seleccionó una presión de compactación en función del área de los moldes de compactación y la fuerza que puede ejercer la prensa empleada.

Por último, se trató de definir los parámetros del programa de calentamiento. La velocidad de calentamiento fue de 30 °C por minuto hasta alcanzar la temperatura de

espumado ( $T_E$ ), que debe estar situada entre las curvas *líquidus* y *sólidus* del diagrama Fe-C. Mediante un análisis térmico se determinaron las temperaturas para las cuales tienen lugar las diferentes reacciones de descomposición de las sales empleadas. El tiempo de permanencia a la temperatura  $T_E$  en la cual se produce la expansión es crítico, ya que si no es suficiente, no se deja tiempo para la expansión de la espuma, y si es demasiado prolongado se produce la coalescencia de los poros y el colapso de la espuma. Se probaron los tiempos de referencia de otros estudios y que se sitúan entre los 3,5 y 8 minutos.

## 4.1. Equipos utilizados

### Balanza analítica de precisión

La balanza se empleó para pesar las cantidades deseadas de cada componente con gran exactitud. También se usó para pesar el polvo metálico que se quería añadir para realizar las muestras compactadas.

### Molino de atrición

Consiste en una vasija refrigerada mediante un circuito de agua, en cuyo interior hay dispuestas unas aspas y unas bolas de acero de aproximadamente 5 mm de diámetro que giran libremente. Se empleó para preparar las mezclas de polvos mediante la acción mecánica de las aspas y bolas de acero de su interior. Esta es una técnica que permite la aleación mecánica de la mezcla; algo que se consigue sobre el polvo atrapado entre los puntos de contacto de las bolas.

### Termobalanza

Es una máquina que permite realizar análisis térmicos: termogravimetría (TG) y análisis térmico diferencial (DTA). Mediante la TG se mide la variación de la masa en función de la temperatura y/o el tiempo, mientras que con el DTA se mide la diferencia de temperatura entre una muestra problema y otra de referencia cuando a ambas se les aporta calor a velocidad constante.

### Prensa manual de 30 t

Dispone de un émbolo vertical para ejercer la presión y que es activado por un pedal hidráulico. La máxima carga que se empleó, por seguridad, fue de 20 t.

### Horno

El horno empleado permite alcanzar temperaturas de hasta 1500 °C y programar rampas de calentamiento. Se puede fijar la temperatura de precalentamiento antes de introducir la muestra o bien programar la velocidad de calentamiento y la temperatura máxima que se desea alcanzar.

## 4.2. Diseño de los ensayos

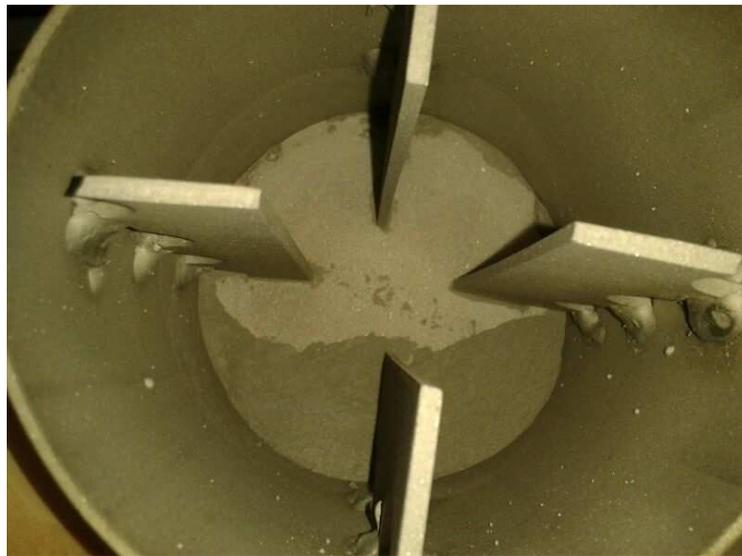
### 4.2.1. Mezclas

Los porcentajes de Fe, carbono y agente espumante se tomaron los que mejores resultados ofrecían en las investigaciones consultadas (0,25 % de agente espumante y 2,5 % C).

Para el proceso de mezclado se utilizaron dos métodos:

#### Recipiente cilíndrico:

Dispone de unas aspas soldadas en su interior para mejorar el mezclado (*véase figura 13*). Dicho recipiente con los polvos en su interior se fija en un torno que se hace girar a 56 rpm durante 1 hora. Este método de mezclado es el que se empleó en las mezclas 1, 2, 3, 4, 6, 8, 9 y 10.



*Figura 13: Recipiente de mezclado con aspas interiores.*

#### Molino de bolas:

Consiste en una vasija, refrigerada mediante un circuito de agua, en cuyo interior hay dispuestas unas aspas y unas bolas de acero de aproximadamente 5 mm de diámetro. El volumen ocupado por las bolas y los polvos ha de ser inferior al 50 % para poder obtener una mezcla homogénea. Los parámetros empleados fueron tiempos de cuatro horas con ciclos de 500 a 1000 rpm. Este método de mezclado se empleó en las mezclas 5 y 7.

A continuación se describirán, para cada mezcla, los componentes, las cantidades empleadas, el método de mezclado empleado, y también se harán algunas observaciones sobre los resultados:

Tabla 4: Descripción de las mezclas.

Meclas	Composición	Tipo de mezcla *	Parámetros	Observaciones
M1, M3	97 % Fe 0.5 % $SrCO_3$ 2.5 % C	RC	56 rpm, 1 h	
M2, M4, M8 M5, M7	95.5 % Fe 0.5 % $SrCO_3$ 4 % C	RC MB	56 rpm, 1 h 500/1000 rpm; 4 h	M4: la sal fue previamente molida. M5 y M7: resultan muy frágiles.
M6	95.0 % Fe 1.0 % $SrCO_3$ 4 % C	RC	56 rpm, 1 h	
M9	85.5 % Fe 0.5 % $SrCO_3$ 4 % C 10 % Cenizas volantes		56 rpm, 1 h	M9: se añadieron cenizas volantes para analizar el posible efecto estabilizante de la estructura celular durante el espumado.
M10	95.5 % Fe 0.5 % $MgCO_3$ 4 % C		56 rpm, 1 h	M10: se empleó otro agente espumante (carbonato de magnesio) para comprobar si ofrecía alguna diferencia con respecto a las pruebas realizadas con el carbonato de estroncio.

\*RC: Recipiente cilíndrico; MB: Molino de Bolas

Se realizó una prueba en la termobalanza para ver las reacciones que tenían lugar y poder averiguar a qué temperatura se producían la descomposición del  $SrCO_3$  y la fusión de la mezcla. La muestra se sometió a una rampa de calentamiento desde temperatura ambiente hasta 1490 °C a una velocidad de 10 °C/min, con un mantenimiento de 30 minutos a esa temperatura y enfriando a 10 °C/min.

Los resultados obtenidos fueron que el agente espumante tiene una temperatura de inicio de la descomposición de  $T_D = 1145,8$  °C y la temperatura de fusión de la Mezcla 1 es de  $T_F = 1379,5$  °C. La diferencia entre ambas temperaturas es muy elevada, por lo que se decidió aumentar el contenido en carbono a un 4 % C para reducir la temperatura de fusión y que así  $T_F$  y  $T_D$  estuviesen más próximas. De este modo se consigue reducir la temperatura de fusión a unos 1250 °C.

### 4.2.2. Análisis térmico

Los análisis térmicos se emplean para determinar el cambio de una determinada propiedad física de una sustancia y/o de sus productos de reacción en función de la temperatura, estando dicha sustancia sometida a un programa controlado de temperatura.

Cuando se calienta una sustancia se producen cambios físicos o químicos que a veces son casi imperceptibles y otras veces se observan a simple vista. Así, pueden producirse cambios físicos como el cambio de fase en estado sólido o la fusión, etc., cambios químicos como consecuencia de la descomposición o reacción de la sustancia, cambios magnéticos, etc., Midiendo la temperatura a la que tales reacciones ocurren y cuantificando alguna propiedad relacionada con dichos cambios, pueden caracterizarse los compuestos presentes en un determinado material.

En este proyecto se han realizado los siguientes análisis térmicos: termogravimetría (TG) y análisis térmico diferencial (DTA). Mediante la TG se mide la variación de la masa en función de la temperatura y/o el tiempo, mientras que con el DTA se mide la diferencia de temperatura entre una muestra problema y otra de referencia cuando a ambas se les aporta calor a velocidad constante.

Con la TG se puede observar la pérdida de peso cuando tiene lugar la reacción de descomposición:  $S_rCO_3 \rightarrow S_rO (s) + CO_2 (g)$ .

Mediante el DTA se comprueba a que temperaturas se producen cambios en la muestra y la temperatura a la que se produce la fusión.

### 4.2.3. Compactación

La compactación se realizó mediante una prensa en la que se empleó fuerza de compresión de 20 t. El compactado de las mezclas se realizó en un molde cilíndrico de acero de  $\varnothing_{int} = 20$  mm mediante un vástago cilíndrico sobre el que se ejerce la presión (véase figura 14). La presión de compactado es de unos 620 MPa aproximadamente. Esta presión se empleó en todas las probetas. El molde dispone de una tapa inferior que se quita para extraer la pastilla resultante.



Figura 14: Molde cilíndrico de acero empleado en la compactación de las mezclas

Las pastillas resultantes de comprimir las mezclas son virtualmente no porosas (véase figura 15). Sin embargo, con las muestras preparadas en el molino de bolas, las pastillas obtenidas tras la compresión resultan muy frágiles. Esto puede que se deba a una excesiva velocidad de mezclado, o porque se produce una aleación mecánica debido a las bolas del interior de la vasija.

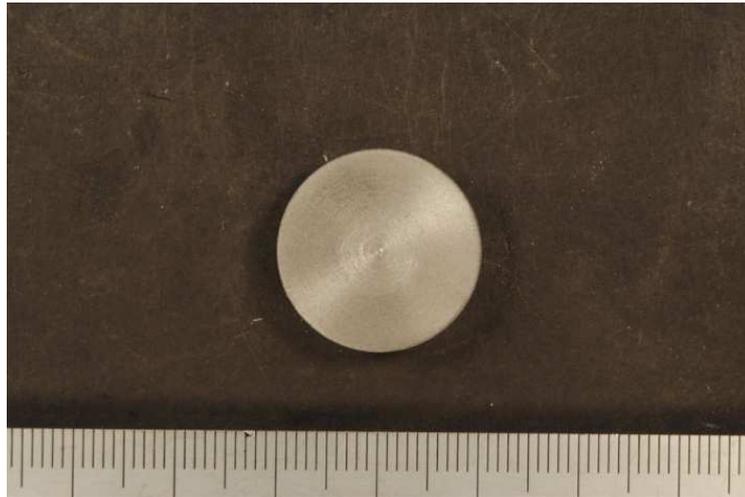


Figura 15: Probeta resultante tras la compactación en frío.

En la siguiente imagen (véase figura 16) se puede ver una micrografía de una de las pastillas compactadas. Se diferencian dos componentes principales: el polvo de hierro (representado por las zonas blancas) y el grafito (representado por las zonas negras). El carbonato no se llega a apreciar porque es una cantidad demasiado pequeña. El grafito podemos apreciarlo porque aunque representa solamente un 4 % del peso total de la mezcla, el volumen del material añadido es bastante grande al tener una densidad bastante baja.

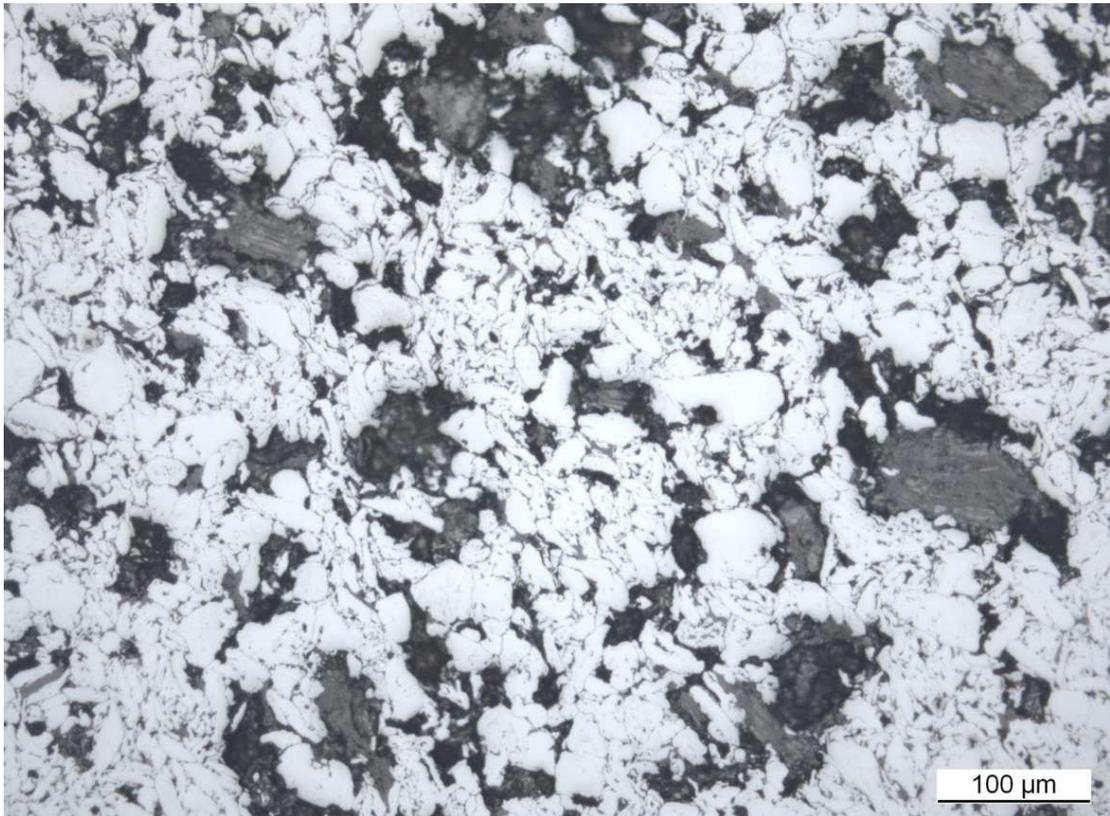


Figura 16: Micrografía pastilla compactada. Distribución relativamente uniforme del grafito y el polvo de Fe.

#### 4.2.4. Espumado

Para el espumado de las probetas se coloca la pastilla compactada resultante dentro de un molde de grafito o de acero inoxidable que se introduce en el interior de un horno que permite programar rampas de calentamiento. En este caso, el horno se precalienta a una temperatura de 1000 °C para después introducir la probeta y mantenerla unos minutos a esa temperatura para dar tiempo a la muestra a igualar su temperatura con la del interior del horno. Después se aumenta la temperatura hasta alcanzar temperatura de espumado ( $T_E$ ) deseada para cada caso con una rampa de calentamiento de 30 °C/min, velocidad empleada en la mayor parte de la bibliografía consultada. Los tiempos de permanencia fueron muy variados porque al principio no se podía observar lo que ocurría en el interior del horno. Se probó con tiempos de permanencia aproximados a los que mejores resultados daban en otras investigaciones. Al no obtener resultados positivos se aumentó el tiempo de permanencia gradualmente, pero sin éxito. Posteriormente, se empleó un agujero del que disponía el horno en su parte trasera para observar lo que ocurría durante el espumado y en función de ello retirar la muestra o no. Se pudo observar que la reacción tenía lugar cuando se desprendían unas chispas de la muestra, siendo mayor la reacción cuantas más chispas se desprendían.

Normalmente, las pastillas compactadas se introdujeron en un molde de grafito en el interior del horno, porque tiene un punto de fusión muy elevado y superior a la mayor temperatura que se puede llegar a seleccionar.

Los moldes de grafito no ofrecieron los resultados deseados, así que se probó a introducir varias muestras sin el molde para observar las reacciones que tenían lugar. Finalmente se decidió emplear un molde de acero inoxidable de bajo contenido en carbono con elevado punto de fusión (AISI 304 L) y se consiguieron mejores resultados.

En las siguientes tablas se muestran las pastillas realizadas con cada mezcla codificadas como "PX-Y"; donde  $\rightarrow$  X: número de mezcla, Y: número de prueba con esa mezcla. También se muestra el peso y espesor de la probeta ensayada y los parámetros utilizados para intentar su espumado.

Tabla 5: Mezcla 1.

Pruebas	Peso (g)	Espesor (mm)	$T_E$ (°C)	Tiempo permanencia (minutos)
<b>P1-1</b> Molde grafito	15	~8,00	1300	5
<b>P1-2</b> Molde grafito	16	~7,80	1300	10

Tabla 6: Mezcla 2.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesores</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P2-1</b> Molde grafito	6	~3,00	1160	5
			1200	10
<b>P2-2</b> Molde grafito	18	~9,00	1200	5
			1250	9
<b>P2-3</b> Molde grafito	15	~7,40	1250	6

Tabla 7: Mezcla 3.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesores</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P3-1</b> Molde grafito	10	~6,00	1350	4

Tabla 8: Mezcla 4.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesores</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P4-1</b> Molde grafito	9	~5,00	1350	10
<b>P4-2</b> Molde grafito	9	~4,90	1400	10

<b>P4-3</b>	9	~5,00	1450	10
Molde grafito			1450	20

Tabla 9: Mezcla 5.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesor</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P5-1</b>	14	~7,20	1350- 1450	10

Tabla 10: Mezcla 6.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesor</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P6-1</b> Ambiente: gas argón Molde grafito	10	~6,00	1350	15
<b>P6-2</b> Ambiente: gas argón Sin molde	10	~6,00	1350	2
<b>P6-3</b> Ambiente: gas argón Sin molde	10	~6,00	1350	1
<b>P6-4</b> Sin molde	10	~6,00	1350	1,5

<b>P6-5</b> Ambiente: gas argón Molde grafito	20	~10,20	1350 1450	5 10
<b>P6-6</b> Ambiente: gas argón Sin molde	17	~8,60	1350	5

Tabla 11: Mezcla 7.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso (g)</b>	<b>Espesores (mm)</b>	<b>T<sub>E</sub> (°C)</b>	<b>Tiempo permanencia (minutos)</b>
<b>P7-1</b> Ambiente: gas argón Sin molde	10	~6,00	1350 1400	5 1
<b>P7-2</b> Molde grafito	10	~6,00	1350	15
<b>P7-3</b> Molde grafito	10	~6,00	1350	1

Tabla 12: Mezcla 8.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso (g)</b>	<b>Espesores (mm)</b>	<b>T<sub>E</sub> (°C)</b>	<b>Tiempo permanencia (minutos)</b>
<b>P8-1</b> Molde de acero AISI 304 L	10	~6,00	1300	1,5

<b>P8-2</b> Molde de acero AISI 304 L	10	~6,00	1300	1,5
---	----	-------	------	-----

Tabla 13: Mezcla 9.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesores</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P9-1</b> Molde grafito	10	~6,00	1350 1400	4 1

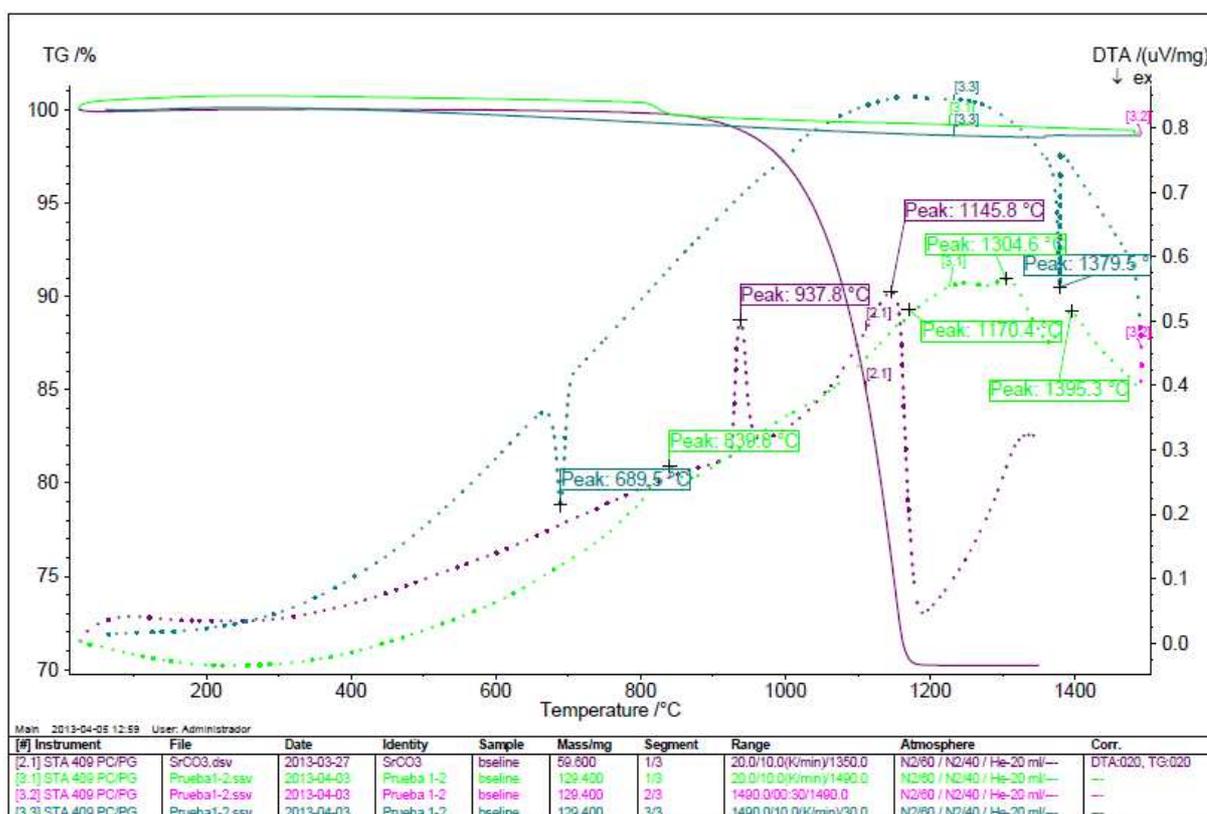
Tabla 14: Mezcla 10.

<b>Pruebas</b>	<b>Peso</b> (g)	<b>Espesores</b> (mm)	<b>T<sub>E</sub></b> (°C)	<b>Tiempo permanencia</b> (minutos)
<b>P10-1</b> Sin molde	10	~6,00	1350	1
<b>P10-2</b> Molde grafito	10	~6,00	1350	1

## 5. RESULTADOS OBTENIDOS

### 5.1. Análisis térmico

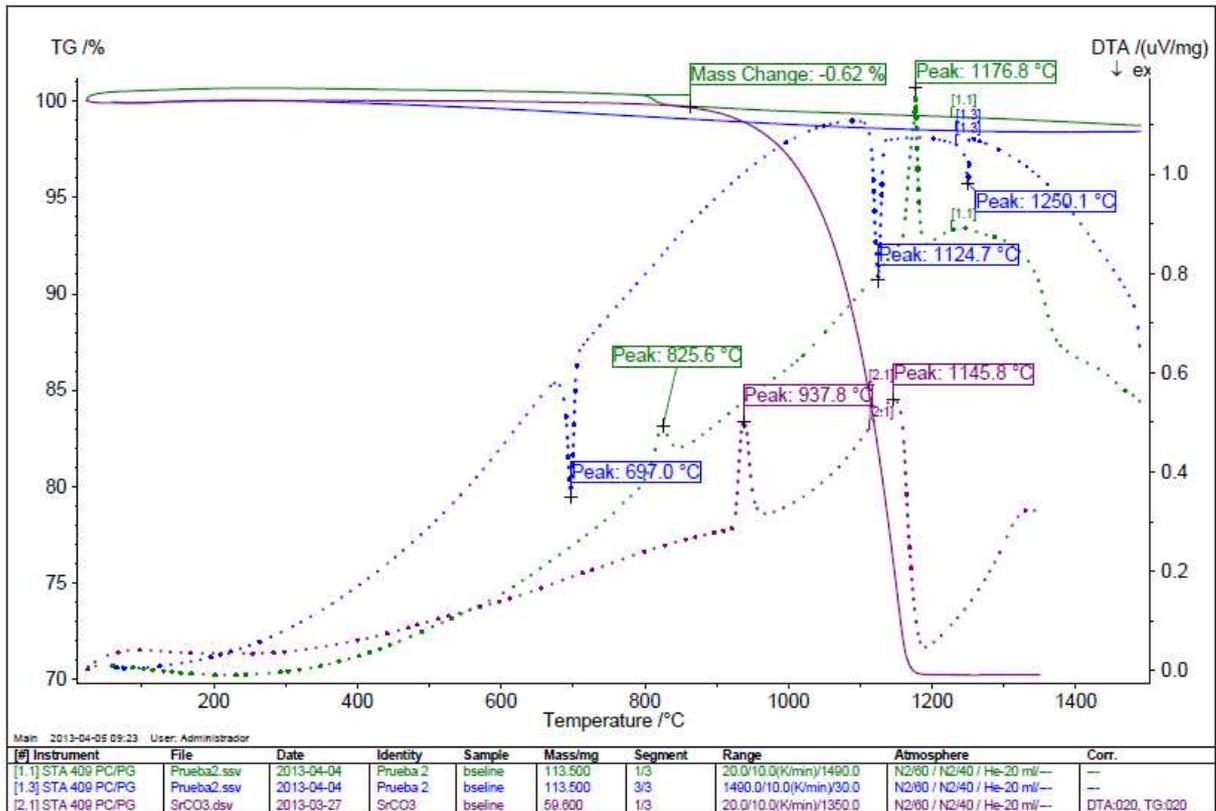
En las siguientes gráficas se representan los análisis térmicos realizados a las mezclas 1 y 2 (véanse gráficas 1 y 2).



Gráfica 1: Análisis térmico de la mezcla 1 y del carbonato de estroncio.

Las líneas continuas se corresponden con las curvas TG de las etapas de calentamiento del carbonato de estroncio (línea morada) y de la mezcla 1 (verde claro). En ellas se pueden observar la temperatura a la que ocurren los procesos inducen una variación de masa. Las líneas punteadas se corresponden a las curvas DTA y permiten conocer la temperatura a la que tienen lugar los procesos con o sin pérdida de peso y permite saber si son endo o exotérmicos. En los termogramas analizados los procesos endotérmicos se muestran como picos hacia arriba y los exotérmicos hacia abajo. La línea punteada morada se corresponde con el calentamiento del carbonato de estroncio y las líneas verde claro y azul turquesa con la etapa de calentamiento y enfriamiento, respectivamente, de la mezcla 1.

Tal y como se puede observar, durante la etapa de calentamiento de la mezcla 1 se observa un primer proceso, endotérmico, en torno a 840 °C, correspondiente a la austenización. Posteriormente se observan varios picos endotérmicos, a 1170 °C, 1304 °C y 1395 °C.



Gráfica 2: Análisis térmico de la mezcla 2 y del carbonato de estroncio

Tal y como se puede observar, durante la etapa de calentamiento de la mezcla 2 se observa un primer proceso, endotérmico, en torno a 825 °C, correspondiente a la austenización. Posteriormente se observa un pico, de fusión, a 1177 °C. Por su parte, el carbonato de estroncio descompone entorno a 1177°C, inferior a los 1290°C que dice la bibliografía.

## 5.2. Resultados obtenidos en el proceso de espumado

### 5.2.1. Mezcla 1

P1-1: la pastilla no espumó, aunque presenta una serie de porosidades en la superficie (véase figura 17). Adoptó una forma semiesférica.



Figura 17: P1-1

P1-2: el tiempo de permanencia fue 5 minutos más que en la pastilla anterior para comprobar si el tiempo de permanencia había sido insuficiente pero se obtuvo el mismo resultado.

Se llegó a la conclusión de que la temperatura que estaba alcanzando la probeta era insuficiente y que el bajo contenido en carbono (2,5 %) obligaba a usar una  $T_E$  muy elevada.

### 5.2.2. Mezcla 2

P2-1: esta muestra no llegó a fundir, por tanto no se produjo el espumado. Se introdujo de nuevo con los parámetros indicados y se pudieron observar algunos poros de gran tamaño (véase figura 18).



Figura 18: P2-1

P2-2: no se observaron indicios de espumado en ninguno de los casos.

P2-3: la muestra de este ensayo adoptó forma semiesférica al fundirse los bordes, pero no se produjo el espumado.

### 5.2.3. Mezcla 3

P3-1: en esta muestra se observaron unas chispas que salen por la parte superior cuando se alcanzan los 1330°C. Al alcanzar la temperatura de espumado seleccionada ( $T_E = 1350$  °C) se esperaron 4 minutos y al sacar la muestra no se observó ningún indicio de porosidades.

### 5.2.4. Mezcla 4

P4-1: se sacó a los 10 minutos y un lateral estaba parcialmente fundido. En dicha zona se podían observar varias porosidades

P4-2: en esta pastilla no se observó ningún cambio en particular. Adoptó la forma habitual de una semiesfera y era virtualmente no porosa.

P4-3: en esta pastilla lo que se hizo fue aumentar  $T_E$  a 1450 °C durante 10 minutos para comprobar si el parámetro de la temperatura era el que no está bien ajustado, pero no se obtuvieron resultados positivos, por lo que se dejó otros 10 minutos y tampoco se observó cambio alguno.

Se cree que la temperatura ya es demasiado alta y lo único que se consigue es que los moldes de grafito se degraden rápidamente. Lo siguiente que se hizo fue mantener una temperatura de 1350 °C y hacer pruebas con mezclas que contengan un 4 % de carbono, ya que tienen un punto de fusión más bajo. El parámetro que se fue modificando fue el tiempo de mantenimiento para comprobar si se obtienen mejores resultados.

### 5.2.5. Mezcla 5

P5-1: se le colocó un termopar a un testigo de acero para comprobar la temperatura que alcanzaba en el interior del horno y se registró una temperatura de 1380 °C. Primero se calentó la pastilla hasta 1350 °C, y a través de un orificio del que dispone el horno se observó si tenía lugar alguna reacción. No se apreció ninguna reacción, por lo que se subió la temperatura de nuevo a 1450 °C, pero tampoco hubo reacción alguna.

Esto puede que se deba a la contaminación del interior del molino de bolas. Dicha contaminación añadió más hierro a la mezcla obteniéndose un porcentaje de carbono inferior al esperado, lo que provocó que el punto de fusión de la mezcla fuese bastante mayor de lo esperado.

### 5.2.6. Mezcla 6

P6-1: esta muestra se introdujo en un molde de grafito y con un atmósfera de gas argón. El caudal del gas fue aproximadamente 9 l/min, y se intentó reproducir un ambiente inerte para ver si favorecía el espumado. A 1330 °C aproximadamente comenzaron a producirse chispas. Una vez que se alcanzó  $T_E$  se esperó 15 minutos para sacar la muestra, pero no se obtuvo ningún resultado positivo.

P6-2: esta vez se probó a introducir una muestra sin molde de grafito y en un ambiente de gas argón para saber si el molde de grafito tenía alguna influencia en los resultados obtenidos. Entre 1330-1350 °C se empiezan a observar bastantes chispas que salen de un lateral de la muestra y a los 2 minutos comienza a espumar por un lateral. Una vez que se enfrió la muestra se observó que el material que salía por un lateral provenía del interior de la muestra que se quedó hueca (véase figura 19). Puede ser que existiese una sobrepresión en el interior de la probeta debido al  $CO_2$  desprendido al no encontrarse la muestra en un estado lo suficientemente fluido.



Figura 19: P6-2

P6-3: esta muestra se introdujo con las mismas condiciones que la P6-2, pero esta vez a 1235°C salieron unas pocas chispas y se formó una burbuja en un lateral de la pastilla que creció hasta su colapso. A 1330 °C comienzan a salir más chispas y se forma una pequeña llama alrededor de la pastilla. Se mantuvo 1 minuto y al sacarla se observó que estaba hueca en su parte interior.

P6-4: esta vez la muestra también se introdujo sin molde pero no se usó el ambiente de argón. A 1250 °C se comienza a observar que un lateral se comienza a fundir y salen de él algunas chispas. A 1330 °C salen bastantes más chispas y de forma constante. Después de 1 minuto de permanencia se retira la muestra y se observa que tiene el mismo aspecto que en los casos P6-2 y P6-3.

P6-5: se introdujo una muestra con el doble de tamaño que las habituales en un crisol de grafito para comprobar la influencia del tamaño. A 1305 °C se observaron algunas chispas pero no salían de forma continua. Tras 5 minutos de permanencia a 1350 °C se sacó la muestra y no se apreció cambio alguno, por lo que se introdujo otra vez y se subió la temperatura a 1450 °C pero tampoco se observó nada.

P6-6: esta muestra pese a ser introducida sin crisol no reaccionó al igual que las anteriores que también se habían introducido sin molde de grafito.

### 5.2.7. Mezcla 7

P7-1: a 1400 °C se funde y salen algunas chispas, pero llegó a un estado demasiado fluido y no conservó la forma.

P7-2: se probó a introducir una probeta en un molde de grafito con una permanencia a la temperatura de fusión de 15 minutos para así descartar que los tiempos de permanencia empleados fueran demasiado cortos. Se obtuvo una muestra semiesférica no porosa.

P7-3: se repitió el caso anterior pero se decidió sacar la probeta cuando se vieron las primeras chispas de la reacción, en el primer minuto del tiempo de permanencia. Se obtuvieron los mismos resultados que en el caso anterior.

### 5.2.8. Mezcla 8

P8-1: se probó a introducir muestras en moldes de acero AISI 304 L porque se había llegado a la conclusión de que los moldes de grafito afectaban negativamente al proceso de espumado. Cuando la muestra alcanzó los 1300 °C comenzaron a desprenderse bastantes chispas y cuando llevaba 1,5 minutos a la temperatura de espumado se retiró la muestra. Se obtuvieron porosidades en la parte superior de la muestra. También se puede observar que la pastilla compactada se funde con la parte inferior del molde (*véase figura 20*).



Figura 20: P8-1.

P8-2: se introdujo con los mismos parámetros que para la prueba P8-1 y también se obtuvieron resultados similares (véase figura 21).



Figura 21: P8-2.

### 5.2.9. Mezcla 9

P9-1: esta muestra contenía cenizas volantes para estabilizar la muestra cuando se encuentra en un estado casi líquido. Aunque se pudieron observar algunas chispas no se obtuvieron los resultados deseados.

### 5.2.10. Mezcla 10

P10-1: se introdujo una pastilla de carbonato de magnesio sin molde para comprobar si había alguna diferencia con respecto a las pastillas con carbonato de estroncio. A 1280 °C se pudieron ver las primeras reacciones saliendo chispas, y a 1330 °C se produjo la expulsión de material del interior de la probeta por un lateral al igual que en las probetas sin molde con carbonato de estroncio (véase figura 22).

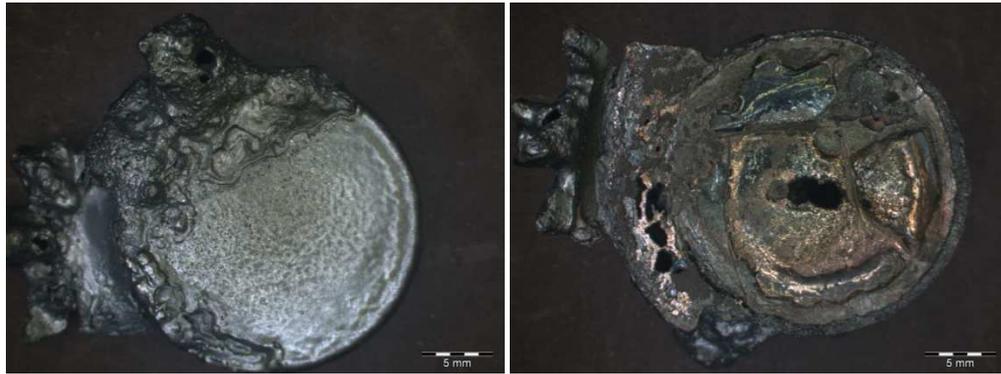


Figura 22: P10-1

P10-2: se probó a introducir una probeta en un molde de grafito en la que se empleó como agente espumante  $MgCO_3$  para ver si había alguna diferencia con respecto a las muestras con  $SrCO_3$ . Se obtuvieron los mismos resultados, con forma semiesférica y no porosa.

### 5.3. Micrografías

En este apartado se muestra la microestructura de algunas de las pruebas realizadas. Tienen una microestructura característica de una fundición blanca o mixta.

#### 5.3.1. P1-1

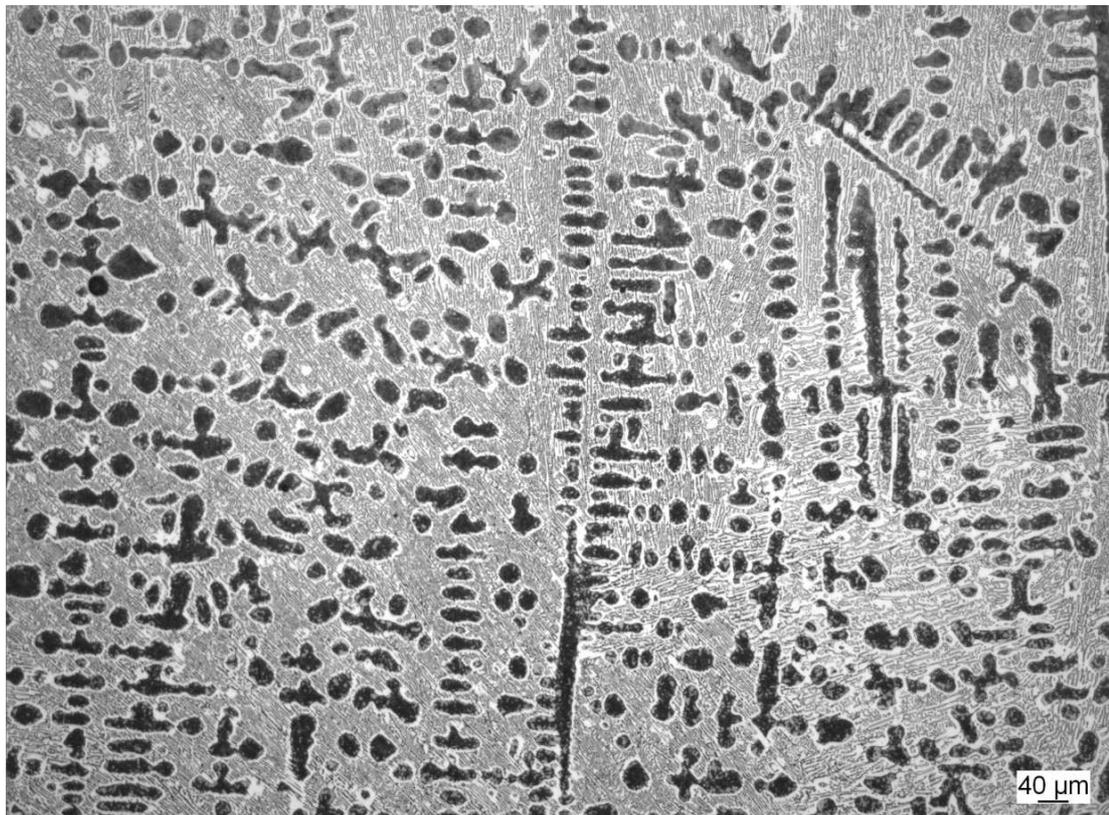
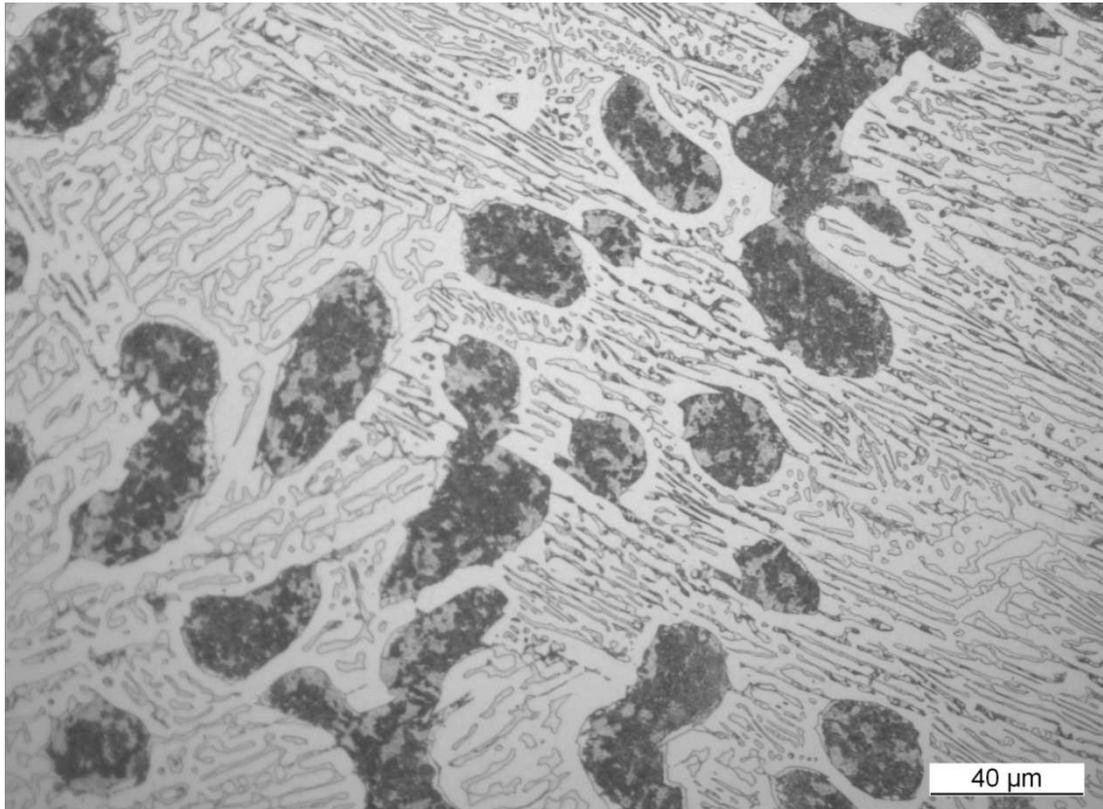
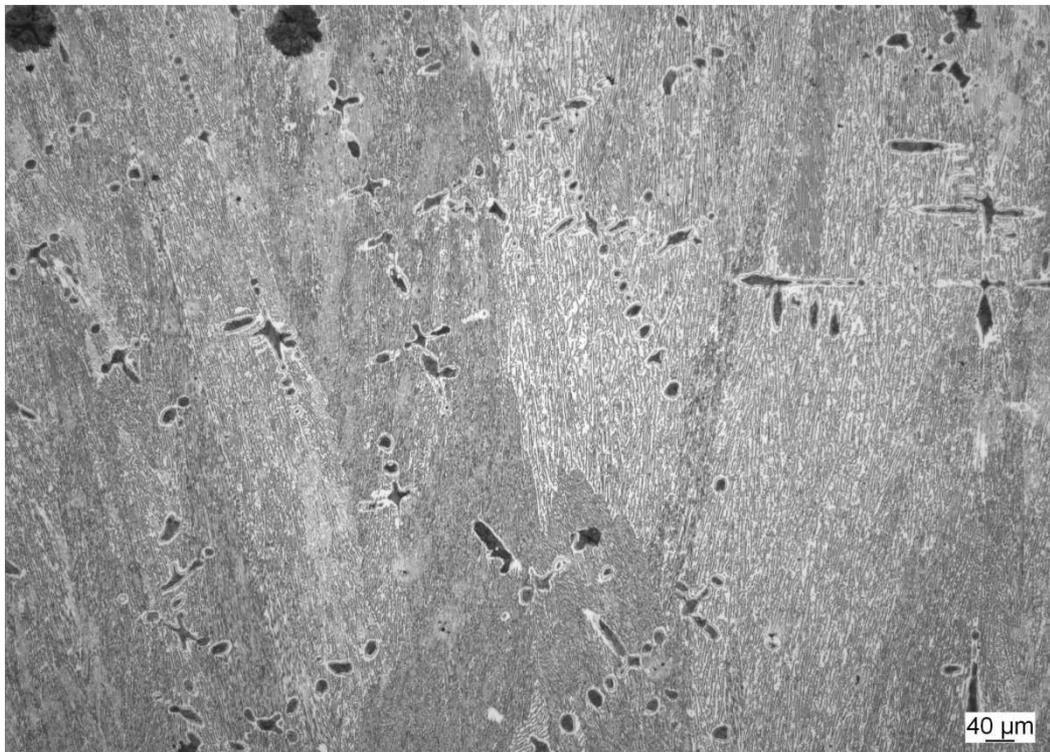


Figura 23: P1-1 a 100x. Fundición hipoeutéctica. Matriz ledeburítica.



*Figura 24: P1-1 a 500x. Fundición hipoeutéctica. Matriz ledeburítica.*

### 5.3.2. P2-1



*Figura 25: P2-1 a 100x. Fundición ligeramente hipoeutéctica. Matriz ledeburítica.*

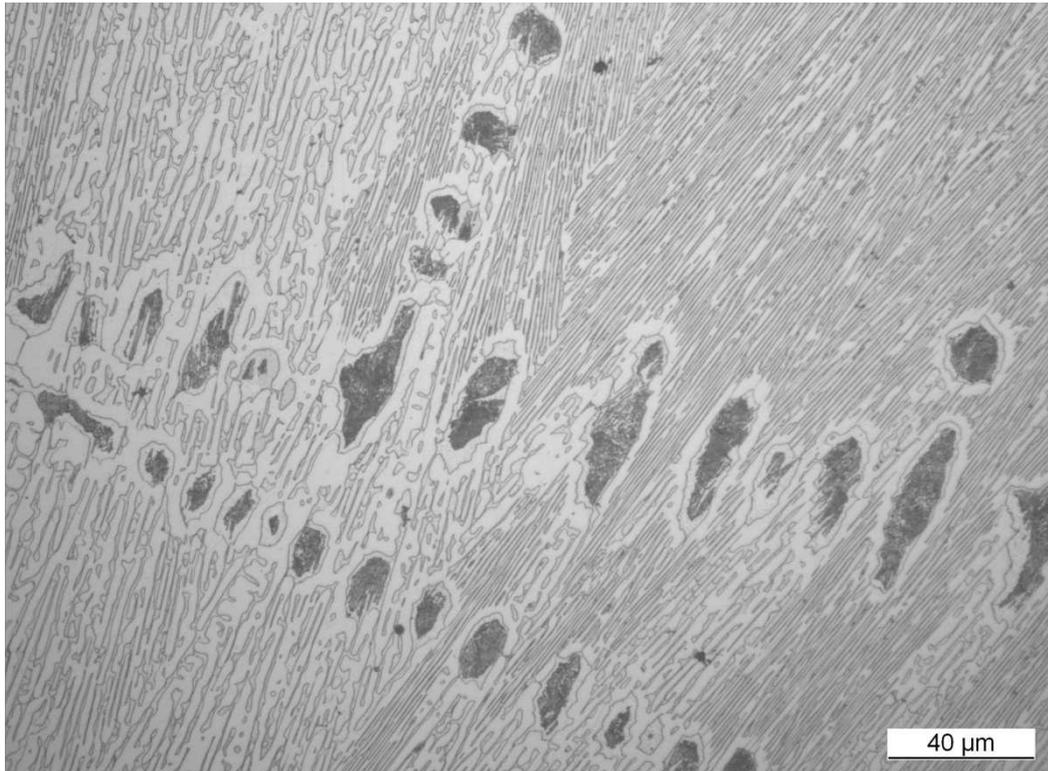


Figura 26: P2-1 a 500x. Fundición ligeramente hipoeutéctica. Matriz ledeburítica.

### 5.3.3. P6-2

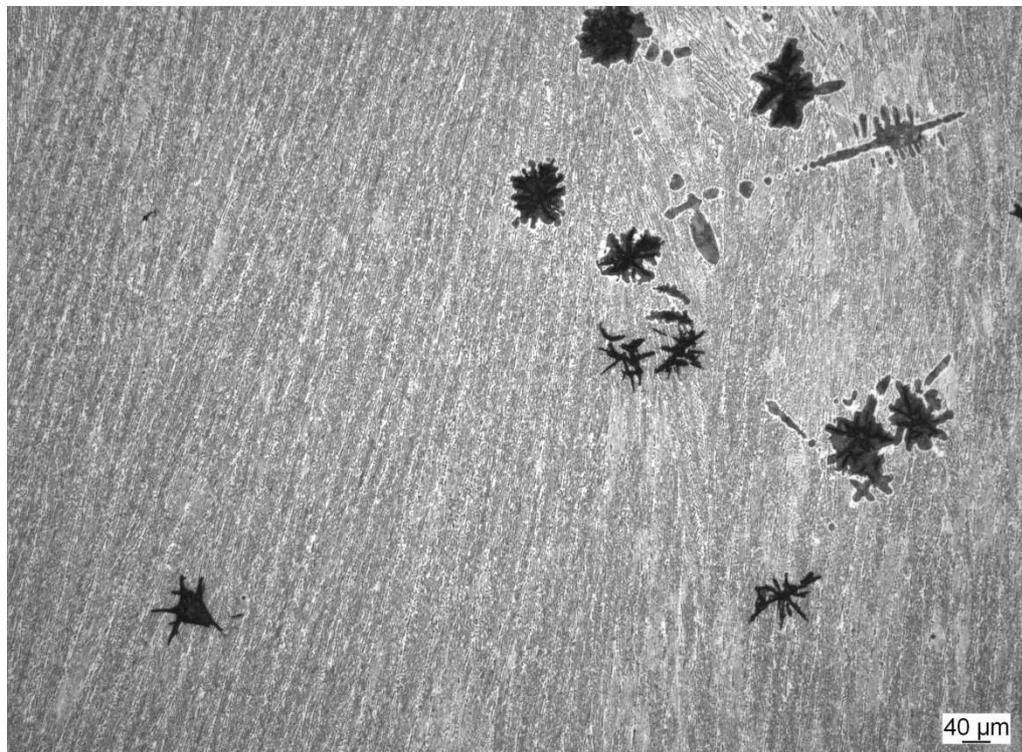
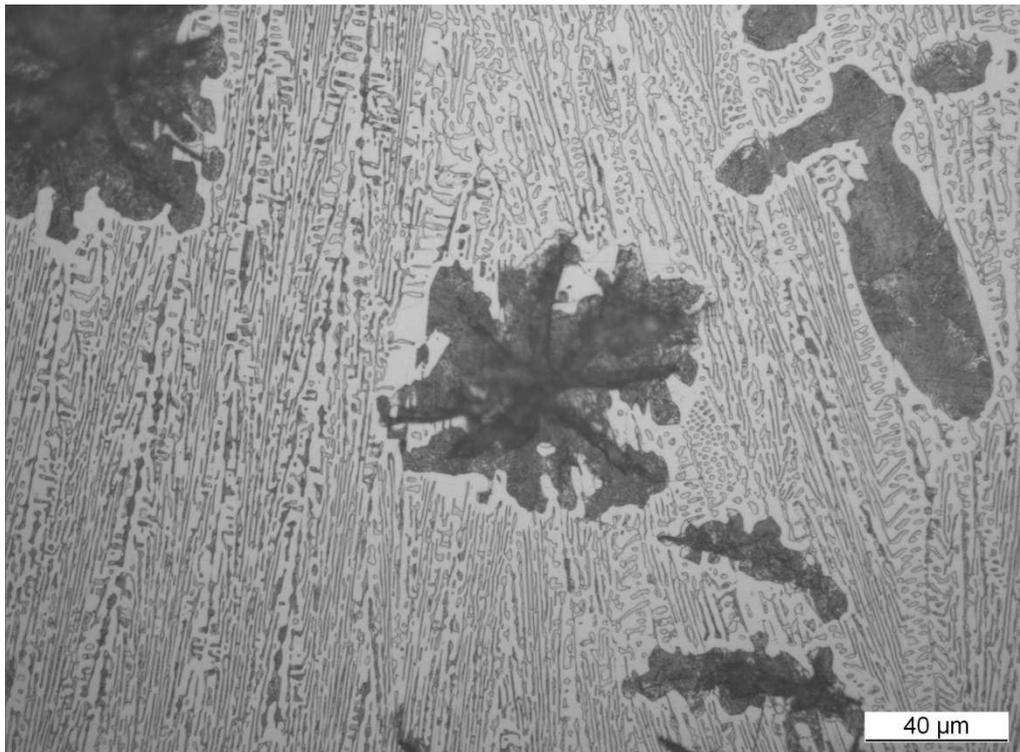
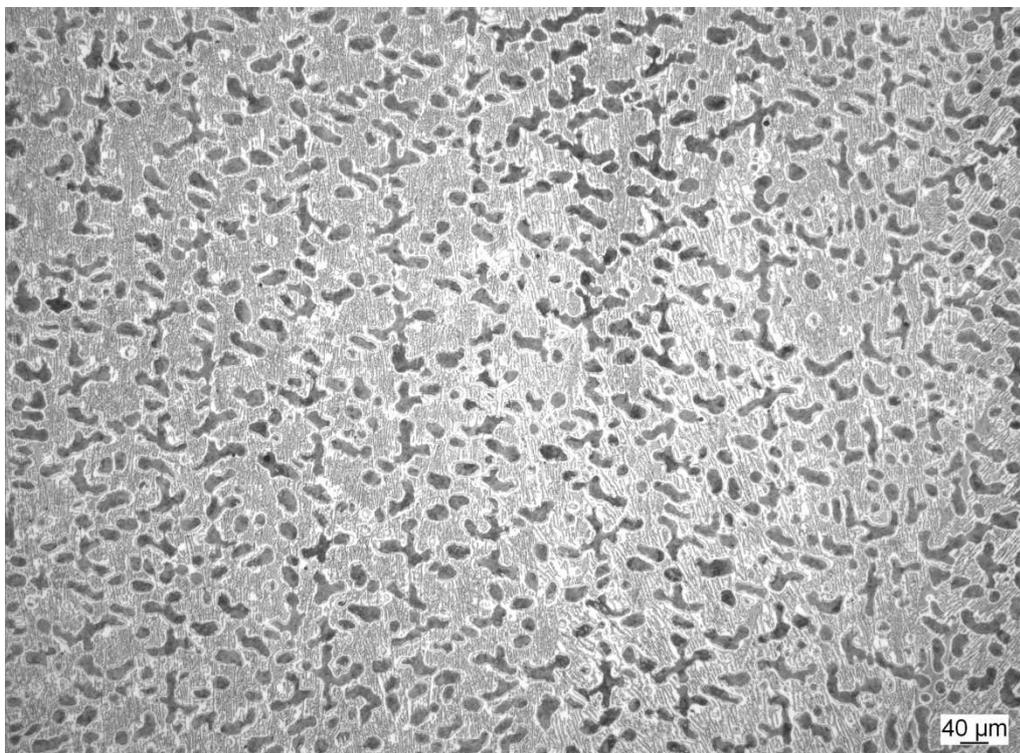


Figura 27: P6-2 a 100x. Grafito laminar en una matriz ledeburítica.

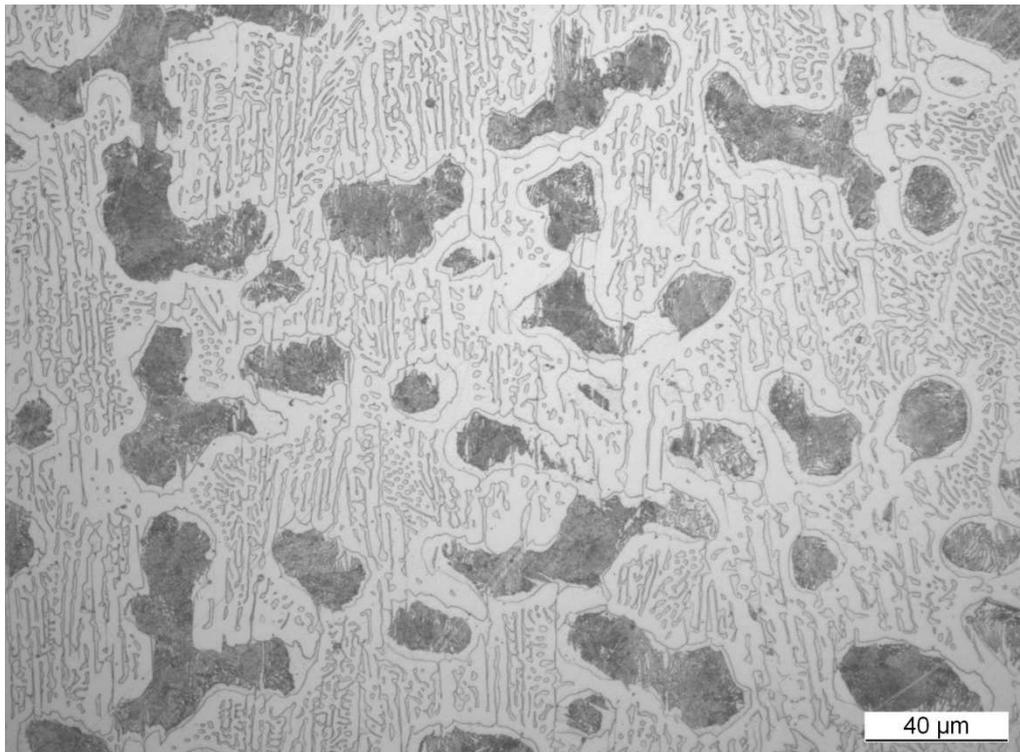


*Figura 28: P6-2 a 500x. Grafito laminar en una matriz ledeburítica.*

#### 5.3.4. P7-3

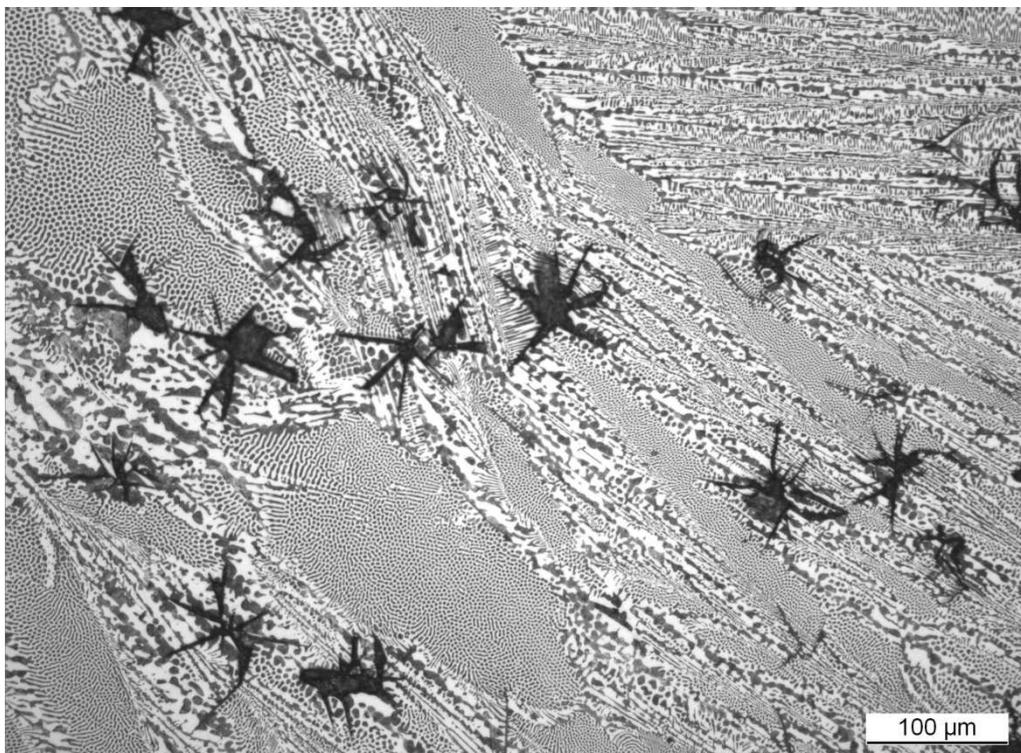


*Figura 29: P7-3 a 100x. Fundición hipoeutéctica. Matriz ledeburítica.*



*Figura 30: P7-3 a 500x. Fundición hipoeutéctica. Matriz ledeburítica.*

### 5.3.5. P9-1



*Figura 31: P9-1 a 200x. Grafito laminar en una matriz ledeburítica.*

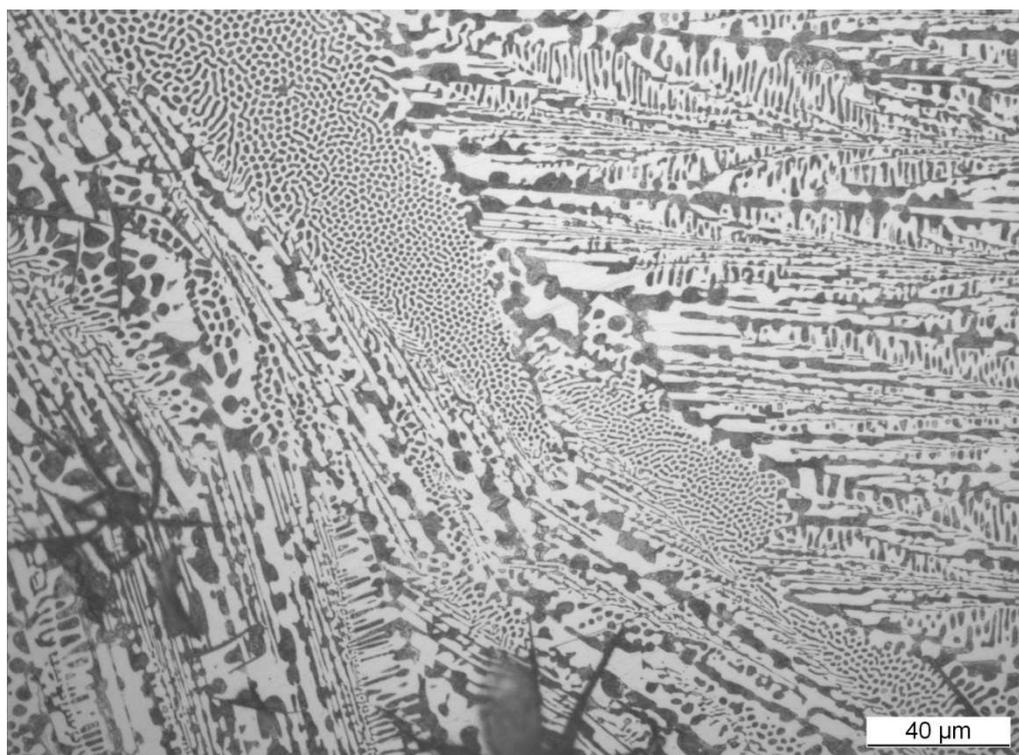


Figura 32: P9-1 a 500x. Grafito laminar en una matriz ledeburítica.

## 6. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

En el caso del método de mezclado empleado, el molino de bolas, aunque consigue un mayor nivel de homogeneización, produce un polvo que es difícil de compactar y las pastillas resultantes son quebradizas. Puede que se deba a una velocidad excesiva en los ciclos de mezclado o a la formación de constituyentes frágiles como consecuencia de la aleación mecánica. Sin embargo, el método en el que se emplea el recipiente cilíndrico rotatorio con aspas en su interior produce unos polvos fáciles de compactar y bastante homogéneos.

Respecto al agente espumante, las temperaturas de descomposición que obtuvimos en los análisis realizados son inferiores a los reportados por otros investigadores. Esto influye de tal forma que el agente espumante se descompone antes de que la muestra esté lo suficientemente líquida creando sobrepresiones interiores que pueden hacer que la probeta se fracture. Entre la utilización  $SrCO_3$  y el  $MgCO_3$  no se puede señalar ninguna diferencia significativa entre los experimentos que se realizaron, salvo que el carbonato de magnesio tiene una temperatura de casi la mitad de lo que se menciona en otros estudios y no es bueno que haya tanta diferencia entre como ya se explicó.

En el proceso de espumado, pese a hacer múltiples variaciones en los parámetros como el tiempo de permanencia y la temperatura de fusión, no se lograron resultados positivos, ni con porcentajes del 2,5% C, ni con el 4% C, pero se decidió seguir realizando los experimentos con las mezclas del 4% C por aproximar  $T_D$  y  $T_F$ . También se probó con una atmósfera de gas inerte (argón) con resultados similares. Se probó a introducir muestras en el horno sin molde, en molde de grafito (que se empleó porque se citaba en la bibliografía de referencia) y en molde de acero.

En las muestras introducidas sin molde, a temperaturas del orden de 1300 °C, tiene lugar una reacción que se aprecia por la generación de chispas. Posteriormente se observa la fusión de la mezcla.

Después se probaron moldes de acero AISI 304 porque se había llegado a la conclusión de que los moldes de grafito afectaban negativamente al proceso por algún motivo que no se ha llegado a estudiar. Aunque se producía la fusión de la muestra con el molde, al menos, se obtuvieron mejores resultados en las dos pruebas realizadas con la mezcla 8 en estos moldes.

Las temperaturas de espumado en este último caso (1300 °C) se aproximaron a las de los otros estudios (4% C  $\rightarrow T_E = 1280$  °C). En nuestro caso, la temperatura de espumado se fijó en 1350 °C

El estudio concluyó en este último paso, por lo que no se llegaron a obtener espumas de acero a las que realizar una caracterización morfológica o ensayos.

Lo siguiente sería comprobar si es posible realizar pastillas de mayor espesor para poder realizar una caracterización morfológica y ensayos de compresión. También saber si se puede reproducir con PM de 2,5% C.

## 7. CONCLUSIONES RELEVANTES

Se procuró reproducir el proceso PM descrito en los artículos consultados como punto de partida del presente trabajo; pero no obtuvimos resultados positivos.

Los agentes espumantes presentan una temperatura de descomposición inferior a la citada en los artículos de referencia, especialmente el carbonato de magnesio. Esto dificulta el uso de mezclas con 2,5% C, que son las empleadas en la bibliografía consultada.

El método de mezclado que mejores resultados ofrece en este caso es mediante el recipiente cilíndrico con aspas que gira en posición horizontal. El polvo producido con el molino de bolas es demasiado fino para ser compactado adecuadamente, por lo que se han de utilizar ciclos de bajas revoluciones.

Los moldes de grafito que dicen emplear en un artículo consultado no sirven en nuestro caso. No se tiene claro el motivo por el cual afectan al proceso de espumado. Sin embargo, los moldes de acero proporcionan mejores resultados.

El análisis precedente, demuestra que lo que tiene lugar es una descomposición de la sal previa a la fusión de la mezcla que crea una sobrepresión en el interior de la probeta produciendo el colapso de poros de gran tamaño. Ó, simplemente, el gas generado durante la descomposición de la sal abandona la muestra sin producir el efecto deseado. Es muy probable que el tamaño de las probetas empleadas haya sido demasiado pequeño de tal forma que la relación S/V haya sido demasiado elevada y que la presión metalostática sobre los poros en formación no haya sido la necesaria para su permanencia en el líquido. Otra posibilidad es que el proceso de compactación no haya sido adecuado de tal forma que el gas generado durante la descomposición de la sal tienda a acumularse en las regiones porosas de la mezcla dando lugar a poros de gran tamaño y pobre estabilidad.

Si bien no ha sido posible la elaboración de espumas de acero mediante la ruta PM, se ha podido identificar los principales parámetros a tener en cuenta durante la elaboración de estos materiales y se ha constatado que estos son muy críticos para obtener una estructura celular. El trabajo realizado pone de manifiesto la necesidad de hacer un estudio más exhaustivo y sistemático de la influencia de cada parámetro de proceso analizado.

---

## 8. BIBLIOGRAFÍA

[1] C. Park, S.R. Nutt: PM synthesis and properties of steel foams.

*Department of Materials Science, University of Southern California, Los Angeles, CA 90089-0241, USA. Received 24 September 1999; received in revised form 12 January 2000*

[2] Smith BH, et al, Steel foam for structures: A review of applications, manufacturing and material properties, *J Constr Steel Res* (2011), doi:10.1016/j.jcsr.2011.10.028

[3] C. Park, S.R. Nutt: Effects of process parameters on steel foam synthesis.

*Department of Materials Science, University of Southern California, Los Angeles, CA 90089-0241, USA. Received 11 April 2000; received in revised form 16 June 2000.*

[4] C. Park, S.R. Nutt: Strain rate sensitivity and defects in steel foam

*Department of Materials Science, University of Southern California, Center for Composite Materials, School of Engineering, Los Angeles, CA 90089-0241, USA. Received 21 August 2000; received in revised form 29 March 2001.*

[5] J. Muriel, A. Sánchez Roa, W. Barona Mercado and H. Sánchez Sthepa: Steel and gray iron foam by powder metallurgical synthesis.

*Escuela de Ingeniería de Materiales. Universidad del Valle. Cali, Colombia. Publicado On-Line el 29-Jul-2009.*

[6] C. Park, S.R. Nutt: Anisotropy and strain localization in steel foam

*Department of Materials Science, University of Southern California, Los Angeles, CA 90089-0241, USA. Received 26 January 2000; received in revised form 10 March 2000.*