

UNIVERSIDAD DE OVIEDO

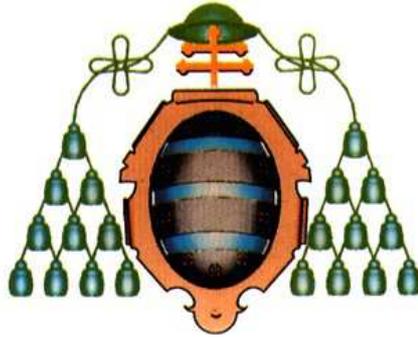
Programa de Doctorado de Ciencia y Tecnología de
Materiales

UTILIZACIÓN DEL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO EN LA CARACTERIZACIÓN
MECÁNICA DE PRODUCTOS SINTERIZADOS

TESIS DOCTORAL

María Fernández Vega

Mayo 2014



UNIVERSIDAD DE OVIEDO

Programa de Doctorado de Ciencia y Tecnología de
Materiales

UTILIZACIÓN DEL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO EN LA CARACTERIZACIÓN
MECÁNICA DE PRODUCTOS SINTERIZADOS

TESIS DOCTORAL

Cristina Rodríguez González



RESUMEN DEL CONTENIDO DE TESIS DOCTORAL

1.- Título de la Tesis	
Español: Utilización del ensayo miniatura de punzonado en la caracterización mecánica de productos sinterizados	Inglés: Use of small punch test to estimate the mechanical properties of powder metallurgy products employed in the automotive industry
2.- Autor	
Nombre: María Fernández Vega	DNI:
Programa de Doctorado: Ciencia y Tecnología de Materiales	
Órgano responsable: Departamento Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica	

RESUMEN (en español)

La pulvimetalurgia es una técnica ampliamente usada, sobretudo en la industria del automóvil. De cara a asegurar la calidad de los diferentes componentes se usan determinados ensayos directamente en el producto final, pero la caracterización mecánica, se hace a través de test convencionales que sólo pueden ser realizados en probetas sinterizadas en condiciones controladas similares a las usadas en la producción industrial. El uso del Small Punch Test (SPT) para caracterizar directamente mecánicamente los productos finales se explica en este trabajo para determinar las propiedades mecánicas de los cubos sincronizadores.

RESUMEN (en Inglés)

Powder metallurgy is a manufacturing technology widely used, especially in the automotive sector. In order to assure the quality of these components different conventional tests are employed directly on the final product, but in order to mechanically characterize the sintered material, standard mechanical tests can only be performed onto samples compacted and sintered in controlled conditions similar to the ones used in the real production. The final mechanical properties of these products after compacting and sintering are the input needed to define and analyze new geometries and products. The use of the small punch test (SPT) to mechanically characterize in a direct way the final sintered products was explained in this research work and the regressions to determine the tensile mechanical properties of the synchronizer hubs were also developed.

Agradecimientos

Hace seis años ya que empecé a recorrer este camino, y esta tesis es el final del recorrido. En ella se refleja no sólo el resultado de un trabajo de investigación, sino también mi propia evolución, sin la cual no habría podido llegar a este punto y en la que habéis contribuido todos los que me acompañáis cada día y hacéis que sea quién soy.

En primer lugar tengo que agradecer a Cristina Rodríguez, mi tutora, que sin su saber hacer y su excelente orientación, esta tesis no habría sido igual. Pero no sólo quiero agradecer la ayuda técnica, sobretodo quiero agradecer tu disposición permanente, tu apoyo y el cariño que me has dado en los momentos más bajos, que fueron muchos, sin ti no habría sido capaz de haber llegado hasta aquí. Gracias por ponerme las cosas tan fáciles. Gracias a Javier, por estar siempre dispuesto a ayudarme en lo que he necesitado, gracias a los dos por estar siempre ahí.

No me olvido de Tomás, Miguel y Sergio gracias por ayudarme con los ensayos, y estar siempre atentos a que estuviera lo más a gusto posible, de verdad, siempre lo conseguisteis.

En segundo lugar tengo que agradecer a toda mi familia de PMG todo el apoyo mostrado en este tiempo, desde Néstor Martínez que, como gerente de PMG Asturias S.A.U. me ha permitido el uso de algunas de las instalaciones para hacer parte de los ensayos que se presentan en este trabajo, pasando por los encargados y jefes de equipo que siempre que los necesito están ahí dispuestos a ayudarme en cualquier cosa que les pida, y llegando a todos y cada uno de los operarios de PMG, por los que me siento muy querida cada día, en especial quiero dar las gracias a Montero, Guerra, Jose Ramón y Javi, porque con tanta paciencia me atendéis cuando voy con alguna de mis dudas locas y hacéis que las cosas parezcan muy fáciles, parte del capítulo 2 es vuestro.

Gracias a todos los operarios de calidad, porque en algún momento, me habéis ayudado con las mediciones, pero sobre todo a Miguel Ángel que es el que más has sufrido las probetas mini.

Gracias a todos los compañeros de oficina, empezando por César, que a pesar de todo lo que llevas entre manos, siempre estás dispuesto a echarme una mano en lo que necesito, sea la hora que sea, y el día de la semana que sea. Gracias a Jose por apoyarme en todo momento, así es muy fácil sacar el trabajo adelante. Gracias a los que en algún momento han formado parte del equipo TPM, Belén, Silvia, Dani, Miguel, a vosotros gracias por ser como sois y ayudarme en todo lo que he necesitado.

Dentro de esta familia de PMG quiero hacer una mención especial a Bea García y a Manolo, mis grandes apoyos ahí dentro, siempre conseguís que me venga arriba cuando más lo necesito, gracias por estar siempre ahí y conocerme tan bien.

Quiero hacer un agradecimiento muy especial a Piedad García. Desde que entré en PMG has sido para mí una figura de referencia y he intentado a lo largo de los 5 años que trabajamos juntas aprender todo lo que podía de ti. Tengo que agradecerte que has creído en mí desde el principio, más incluso de lo que creía yo en mi misma, me das tu apoyo siempre de manera incondicional, con tu afán por aprender me has contagiado a mi y a todo el que trabaja contigo, pero sobretodo quiero agradecerte el trato recibido en todo momento, el cariño y comprensión, gracias por entenderme tan bien, y porque a pesar de los miles de Kms cada día me demuestras que estás ahí dispuesta a ayudarme en lo que necesite, nunca podré devolverte todo lo que me has dado, personas como tú son irrepetibles.

No me puedo olvidar de mis amigos, que tantas veces os he dicho que no en estos últimos tiempos, Adrián, Ana, Cere, María, Natalia, Ike, Inma, Raquel, Cris y en un lugar muy especial a Cova, Cris G y Ricardo, sois los que más habéis sufrido este proceso y puedo decir que sois unos entendidos también en eso del SPT. A todos vosotros siento no haber podido pasar mucho tiempo con vosotros sobre todo en el último año, pero espero que a partir de ahora podamos recuperar el tiempo perdido.

Gracias a mi familia, en primer lugar a mis padres, siempre habéis sido un referente para mí y siempre pensé que no había mejores personas que vosotros. Ha sido en el último año, ante las dificultades, cuando más me habéis sorprendido y más orgullosa me siento de vosotros. Gracias por ser tan buenos, conmigo y con todos, os quiero muchísimo y gracias sobre todo por haberme dado una vida plenamente feliz. A mi hermana que siempre intenta sorprenderme para que esté contenta, nunca olvidaré esas magdalenas en las tardes de estudio, gracias por quererme tanto y tan bien.

En este momento no me puedo olvidar de mis abuelos, Rosario y Ceferino, personas que han marcado mi vida de una manera muy especial, es en estos momentos cuando más presentes os tengo, porque aunque ya nada sea lo mismo, Me llevo de vosotros la importancia del sacrificio, del esfuerzo, la humildad, la capacidad de trabajo y gracias a todas esas historias que sabemos de memoria y de las que nunca nos casamos somos conscientes de lo muchos que os ha costado el que hoy todos nosotros seamos lo que somos.

A mis padres
A mi hermana
A güelito y güelita

Índice

CAPÍTULO 1	16
1.1 MARCO DEL PROYECTO	16
1.2 OBJETIVOS DEL PROYECTO	17
1.3 ESTRUCTURA DE LA MEMORIA	18
CAPÍTULO 2	22
2.1 ACEROS SINTERIZADOS	23
2.1.1 Importancia de la pulvimetalurgia en la industria del automóvil.....	23
2.1.2 Aspectos fundamentales del proceso pulvimetalúrgio	24
2.2 EL CUBO SINCRONIZADOR.....	35
2.3 EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO O SMALL PUNCH TEST (SPT).....	39
2.3.1 Historia del SPT	39
2.3.2 Descripción del ensayo	39
CAPÍTULO 3	47
3.1 MATERIALES	48
3.1.1 Materias primas.....	48
3.1.2 Geometría de las muestras	49
3.1.3 Proceso de fabricación.....	50
3.1.4 Nomenclatura utilizada para las muestras	54
3.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	55
3.2.1 Contenido en carbono	55
3.2.2 Porosidad y análisis metalográfico.....	55
3.2.3 Densidad	57
3.2.4 Dureza	57
3.2.5 Caracterización mecánica a tracción	57
3.2.6 Ensayo miniatura de punzonado o ensayo SPT	59
CAPÍTULO 4	64
4.1 PROPIEDADES CONVENCIONALES	65
4.1.1 Contenido de carbono	65
4.1.2 Densidad	66
4.1.3 Porosidad	66
4.1.4 Microestructura.....	71
4.1.5 Dureza.....	81
4.2 COMPORTAMIENTO A TRACCIÓN.....	83

CAPÍTULO 5	97
5.1 APLICACIÓN DEL ENSAYO SMALL PUNCH TEST A PRODUCTOS SINTERIZADOS	98
5.1.1 Curvas SPT y parámetros característicos de los materiales analizados.....	98
5.2 RESULTADOS DE LOS ENSAYOS SPT	102
5.3 DISCUSIÓN DE RESULTADOS	109
5.3.1 Relación entre los parámetros SPT y los característicos a tracción.....	111
CAPÍTULO 6	125
6.1 PROPIEDADES CONVENCIONALES	126
6.1.1 Densidad	126
6.1.2 Contenido de carbono.....	128
6.1.3 Dureza.....	129
6.1.4 Estimación de las propiedades mecánicas de los cubos sincronizadores a partir de las propiedades convencionales.....	130
6.2 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE ENSAYOS SP	132
6.2.1 Obtención de las probetas	132
6.2.2 Resultados	133
6.2.3 Estimación de las propiedades mecánicas de los cubos sincronizadores a partir del ensayo Small Punch	147
CAPÍTULO 7	153
CAPÍTULO 8	159

1.INTRODUCCIÓN



CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 MARCO DEL PROYECTO

La constante y agresiva competencia en el sector del automóvil, implica un continuo esfuerzo en investigación y desarrollo en la búsqueda de nuevos materiales y procesos de fabricación que consigan, simultáneamente, el aumento de las prestaciones y la reducción de costes [1].

Estas exigencias se reflejan de manera notoria en la cada vez más frecuente utilización en este sector de productos sinterizados, ya que este método de fabricación ofrece elementos con la misma eficiencia que otros pero a un menor coste. Este es el caso de los cubos sincronizadores de las cajas de cambio, donde las ventajas de su fabricación mediante técnicas pulvimetalúrgica no se limitan a una reducción de coste sino a una notable mejora del comportamiento en servicio [2] [3]. Aun así, la constante presión por reducir costes, hace que los fabricantes de este tipo de productos se vean forzados a una continua búsqueda de alternativas que, bien a través de la incorporación de nuevos materiales o bien mediante pequeñas modificaciones del proceso le permitan seguir en el mercado.

No obstante, el proceso pulvimetalúrgico es tremendamente complejo, viéndose afectado por una gran cantidad de variables que, lógicamente afectarán al comportamiento final del producto.

Uno de los puntos clave será, lógicamente el polvo de partida. Cualquier fabricante busca un polvo cuyos componentes supongan una importante reducción de coste. De este modo, los polvos de base níquel hasta ahora utilizados de forma masiva [4] comienzan a ser sustituidos por los de base cromo, mucho más baratos y menos peligrosos de manipular [5] [6] [7]. No obstante, las implicaciones de la elección del polvo de partida no se quedan en la elección del aleante base, sino en la proporción del resto de aleantes y, sobre todo, en la manera de añadirlos [8] dado que todo ello influirá en el comportamiento final del producto.

El hecho de que un polvo se haya obtenido por simple mezclado, tenga algún elemento prealeado o sea completamente prealeado, afectará de manera notable a propiedades tales como la fluidez y la compresibilidad e, indirectamente a la



difusibilidad durante el sinterizado. Otros factores importantes a la hora de seleccionar el material es que pueda ser sinterizado en hornos con una atmósfera más barata, como la atmósfera endogas [9] o que pueda ser fabricando reduciendo el número de pasos.

No obstante, el análisis de cómo afecta cualquier cambio en el comportamiento en servicio de estos productos no es fácil. Su pequeño tamaño y su compleja geometría hacen que sea imposible valorar, mediante ensayos tradicionales como el de tracción, cuál sería su comportamiento en servicio, debiéndose recurrir a otro tipo de caracterización que no siempre refleja el alcance de dichos cambios. De este modo, la valoración de cualquier cambio del proceso pasa por el análisis del comportamiento real de la pieza en servicio, lo que no sólo alarga el proceso de análisis sino que además compromete seriamente el prestigio del fabricante de obtenerse algún fallo inesperado.

En vista de todo lo anterior, parece claro el beneficio que supondría la utilización de cualquier método que permita, de una manera sencilla pero directa, la estimación de las propiedades mecánicas del producto en el momento de su fabricación. Uno de esos posibles métodos sería el ensayo miniatura de punzonado, o small punch test (SPT), cuya aplicabilidad en la estimación de las propiedades mecánicas de otros materiales ya ha sido evaluada y aceptada [10].

En este contexto, el objetivo principal de esta tesis, como su propio título indica, es el análisis de la aplicabilidad del ensayo miniatura de punzonado (SPT) a productos sinterizados, para una vez evaluada ésta, de ser posible, utilizar dicho ensayo en el análisis del comportamiento de cubos sincronizadores obtenidos a partir de distintos materiales y sometidos a distintas rutas de fabricación por sinterizado.

Todo este trabajo, que se reflejará a lo largo de esta tesis, ha sido desarrollado a través de una estrecha colaboración entre la universidad de Oviedo y en la empresa PMG-Asturias SAU, debiendo destacarse su fuerte componente científico-tecnológico.

1.2 OBJETIVOS DEL PROYECTO

Analizados los antecedentes, y tras destacar que el principal objetivo de este trabajo es evaluar la viabilidad del ensayo miniatura de punzonado (SPT) en la caracterización de productos sinterizados, a continuación se enumeran otros objetivos, no menos importantes, que se plantearon a la hora de emprender el presente trabajo de investigación:



- Elección y fabricación de 6 productos diferentes que abarquen dos familias de materias primas y que representen los más utilizados como cubos sincronizadores.
- Realizar una completa caracterización tanto física como mecánica de los mismos, analizando la posible influencia de las distintas variables implicadas en el proceso.
- Evaluar y obtener los parámetros característicos del ensayo SP para estos materiales.
- Analizar la influencia de la dirección de prensado en las propiedades mecánicas.
- Analizar la influencia del proceso de revenido en las propiedades mecánicas.
- Relacionar los parámetros obtenidos de los ensayos SP con los parámetros mecánicos obtenidos a partir de ensayos normalizados en los materiales estudiados.
- Utilizar el ensayo SPT en la caracterización mecánica de los cubos sincronizadores fabricados a partir de las seis rutas elegidas.

1.3 ESTRUCTURA DE LA MEMORIA

El presente trabajo de tesis doctoral, se estructuró en varios capítulos que se describen a continuación.

- En el presente capítulo de *Introducción*, se define el marco en el que se inscribe este trabajo, se enumeran los objetivos generales planteados en el mismo y finalmente se detalla la estructura que se ha seguido a la hora de elaborar esta memoria.
- En el capítulo 2, denominado *Antecedentes* se realiza una breve descripción de la importancia del proceso pulvimetalúrgico en el sector automovilístico, así como de en qué consiste este complejo proceso. Asimismo se describe cuáles deben ser las características y prestaciones de un cubo sincronizador y la problemática existente a la hora de valorar dichas características. Finalmente, se realiza una breve descripción del ensayo SP, así como de sus parámetros característicos y las relaciones entre éstos y las propiedades mecánicas a tracción en el caso de los aceros estructurales.



- El capítulo 3 corresponde a la descripción de los *Materiales Utilizados y Métodos* empleados a la hora de caracterizarlos, tanto a través de técnicas convencionales como mediante el ensayo SP. En una primera parte se describen los materiales de partida y el proceso de fabricación de los diferentes productos y en una segunda parte se describen los distintos métodos utilizados en la caracterización de los mismos.
- El capítulo 4, se dedica a analizar las propiedades mecánicas convencionales, estudiando en profundidad la influencia tanto de la microestructura como de la porosidad en los resultados de los ensayos de tracción convencionales.
- En el capítulo 5 se analizan ya los resultados de los ensayos SP, en una primera parte del capítulo se estudian las curvas características de este ensayo, características de estos materiales y en una segunda parte se estudian los resultados. Para finalizar se busca la relación entre las propiedades mecánicas obtenidas en el capítulo 4 con las propiedades obtenidas con este ensayo característico y objeto de estudio.
- El capítulo 6 está dedicado a los cubos sincronizadores y al análisis de la aplicabilidad del ensayo en obtener las propiedades mecánicas directamente del producto final.
- Para cerrar el trabajo, se analizan las conclusiones obtenidas de todos los capítulos anteriores.

2.ANTECEDENTES





CAPÍTULO 2

ANTECEDENTES

Al tratarse de una tesis que no está centrada puramente en el ámbito de materiales sinterizados, sino de la aplicación de un ensayo mecánico concreto a este tipo de materiales, a lo largo de este capítulo se intenta describir de manera detallada cada uno de los factores que influyen en las características de este tipo de productos. Estas aclaraciones ayudarán a entender la multiplicidad de variables que pueden influir en el resultado final de la tesis, así como a entender los fenómenos que tienen lugar durante los diferentes ensayos realizados a lo largo de este trabajo.

En una primera parte del capítulo se explica brevemente la evolución de la pulvimetalurgia a lo largo de los años en la industria del automóvil y su importancia en la actualidad, a continuación se describen tanto las diferentes etapas del proceso de fabricación como de la pieza objeto de estudio: el cubo sincronizado. En una última parte se detalla los diferentes aspectos del Ensayo Miniatura de Punzonado (EMP) o Small Punch Test (SPT), a cuya aplicabilidad en el análisis mecánico de materiales pulvimetalúrgicos está dedicada esta tesis.



2.1 ACEROS SINTERIZADOS

A lo largo de este apartado, se hace una breve revisión histórica de la importancia de la pulvimetalurgia en el mundo del automóvil, para posteriormente describir los diferentes pasos que incluye el proceso de fabricación de los cubos sincronizadores utilizando esta tecnología.

2.1.1 Importancia de la pulvimetalurgia en la industria del automóvil.

Se entiende por pulvimetalurgia (PM) al proceso por el cual se obtienen piezas de elevada resistencia y dureza calentando sin llegar a la temperatura de fusión, conglomerados de polvo, generalmente metálicos, que previamente se han modelado por presión [11]

Los primeros usos de la pulvimetalurgia datan del año 3000 a.C, por el pueblo egipcio, que usaban hierros esponjosos para fabricar herramientas [12]. También se encontraron restos de uso de esta técnica por la cultura Inca y sus predecesores, antes de que Colón descubriera América [13].

A pesar de estos descubrimientos tan antiguos, la pulvimetalurgia como técnica de aplicación industrial aparece, por primera vez, con el científico ruso P. Sobolevsky, cuando, en 1827, empleó el método de fabricar monedas prensando, sinterizando, y forjado polvos de platino [14], pero es durante la segunda guerra mundial, en Alemania, cuando debido a la escasez de cobre, las carcasas para la artillería para proyectiles, se sinterizaban y compactaban a partir de polvo de Fe [15], de las cuales llegaron a fabricarse en 1944, 3000 Tn al año.

Se puede decir que existen tres tecnologías que compiten con la pulvimetalurgia en la fabricación de piezas para el sector del automóvil: la fundición, la forja, y el mecanizado a partir de productos forjados [16]. Pero la principal ventaja de la pulvimetalurgia frente a las otras tres es que disminuye los pasos de proceso necesarios para obtener el producto final, y con ello, los tiempos de fabricación. Además, la ausencia de mecanizados supone un ahorro de material y de energía, y por tanto una disminución de costes, que llega a ser en algunos casos de hasta el 40% [1].

Junto a estas ventajas, también hay que destacar que la microestructura de los aceros sinterizados suele ser más fina que la de los aceros convencionales [2] lo que proporciona mejores propiedades resistentes [3].

En vista de todas estas ventajas, han sido los grandes productores de automóviles los que han sabido sacar provecho de esta tecnología [17] ya que han visto en los



productos sinterizados la mejor manera de ahorrar costes y sobre todo el aligerar peso en los vehículos finales [16].

La primera aplicación de la PM en el sector del automóvil data de 1937, en EEUU, cuando General Motors Corporation, sinteriza una pieza para una bomba de aceite [18]. Esta pieza sinterizada se fabricó partir de un plano de un producto que previamente se conseguía por mecanizado [19] y, después de comprobar que su respuesta en servicio fue positiva, se empieza a apostar por la utilización de este tipo de materiales. Además, a partir de ahí se comprueba que, en algunos aspectos, los resultados obtenidos utilizando estos materiales fueron mucho mejores que los de los productos mecanizados, como por ejemplo el comportamiento a fatiga, o el confort en la función [20]. Hay que tener cuenta que al tratarse de materiales porosos trabajando en un medio lubricado, favorecen la distribución del aceite entre los elementos del componente.

En la actualidad el 80% de los polvos de hierro fabricados, se destinan a la industria del automóvil [21] y más concretamente a las cajas de cambio, donde la mayoría de los cubos sincronizadores se obtienen por sinterizado.

Además, se está trabajando para que lo conseguido hasta ahora en los cubos sincronizadores pueda trasladarse al resto de piezas de las cajas de cambio, como son los cojinetes y manguitos deslizantes, que actualmente son producidos mayoritariamente por mecanizado [22] [23] [24].

2.1.2 Aspectos fundamentales del proceso pulvimetalúrgico

La pulvimetalurgia se compone, principalmente, de dos procesos. Un primer proceso físico, que partiendo de los metales en polvo (partículas con tamaños $\leq 200 \mu\text{m}$), se conforman obteniéndose un compacto con la suficiente resistencia y cohesión como para poder ser manipulado y transferido a la siguiente etapa de forma segura. A estos compactos se les denomina *compactos en verde*. Es durante el segundo proceso, de carácter químico y denominado sinterización, donde los anteriores contactos físicos entre las partículas se transforman en enlaces químicos, perdiendo las partículas su individualidad y pasando a formar un continuo, con una cierta porosidad pero con suficiente resistencia como para ser utilizados en la aplicación para la que han sido destinados [25].

A parte de estos dos procesos principales, pueden intervenir otros procesos, como son el proceso de re-prensado, tratamientos térmicos, tratamientos termoquímicos, etc., en función de las exigencias del producto final. En la figura 2.1 se muestra, esquemáticamente, los dos procesos de fabricación básicos.

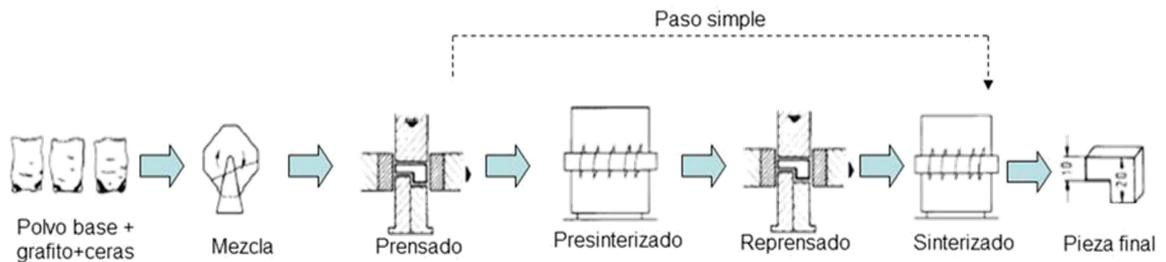


Fig. 2.1 Esquema de los dos procesos de fabricación

El proceso comienza con la decisión del tipo de materia prima que se va a utilizar, esta es la primera variable que influye en el comportamiento del producto durante las diferentes fases de proceso así como en las propiedades mecánicas del producto final.

Uno de los principales factores que determina las características de esta materia prima es el método utilizado para añadir los aleantes al hierro base [8], Para este cometido existen 3 métodos diferentes: mezclado, predifusión y prealeación.

Como su propio nombre indica, el *mezclado* consiste en que al polvo base, de hierro, se le añaden los elementos de aleación sin utilizar ningún tipo de sistema de unión física o química, lo que significa que la aleación propiamente dicha, se consigue durante el sinterizado. Este método es un método sencillo y de bajo coste, pero suele presentar problemas de segregación [26].

La *predifusión* consiste en utilizar un tratamiento térmico en atmósfera reductora para conseguir que los elementos de aleación se fijen al grano base de hierro mediante un proceso de inter-difusión que se produce entre ellos. Para que esto sea posible, la granulometría de los elementos de aleación debe ser mucho menor que la del polvo base y tener muy controladas las condiciones en las que tiene lugar el tratamiento térmico. El hecho de tener que someter a un tratamiento térmico al polvo, hace que su coste sea más elevado que el polvo simplemente mezclado [27].

El método de *prealeación* consiste en añadir los aleantes al polvo base en el estado previo a la atomización, por lo cual, la mezcla constituye un verdadero acero aleado. Posteriormente a estos materiales se le aplica un atomizado, bien por agua o por aire. Con este sistema, se eliminan los problemas de segregación y se consiguen microestructuras más homogéneas. Uno de los inconvenientes, es que la compresibilidad de estos polvos disminuye debido al endurecimiento por solución sólida que provoca la presencia de elementos de aleación en la red del hierro. Este es el proceso de aleación con el mayor coste asociado [26].

Este último método de aleación consigue productos finales más resistentes y menos dúctiles que los obtenidos con las materias primas predifundidas [8], pero su comportamiento a fatiga es mucho mejor [28].



Además del método utilizado en la mezcla de polvo, otro de los puntos claves al inicio del proceso es el tipo de aleantes añadidos y su proporción en la mezcla [26]. En esta tesis en concreto, se trabajará con dos familias de materias primas, una cuyos aleantes principales serán el níquel, cobre y molibdeno y una segunda familia que utiliza el cromo y el molibdeno como elementos de aleación.

La primera familia utiliza el níquel como aleante mayoritario. El níquel es uno de los elementos de aleación más importantes en la industria pulvimetalúrgica ya que mejora la templabilidad de los productos [4] generando una diversidad de fases que juegan un papel importante en la mejora de propiedades mecánicas [29] [30] [31].

Además del níquel, este tipo de materias primas comparten el cobre como aleante en diferentes proporciones. La principal característica del cobre, para el estudio que nos compete, es que tiene una baja temperatura de fusión (1083°C), lo que significa que aparecerá en fase líquida durante el proceso de sinterizado. La presencia de cobre líquido asegura la conexión entre las partículas de aleación [32] y, además, al ser un elemento gammágeno como el níquel, mejorará la templabilidad del producto y por tanto, su resistencia mecánica y frente a la corrosión.

No obstante, la fuerte variabilidad del coste de estos dos aleantes, hace que se haya comenzado a analizar el uso de otros tipos de materiales que mantengan las propiedades que se han descrito hasta ahora pero que tengan un menor coste [33].

Esta búsqueda de alternativas, lleva a la aparición de la tercera materia prima utilizada en este trabajo, que utiliza el cromo como aleante principal [34]. Como puede observarse en la figura 2.2, el cromo es de entre los utilizados en pulvimetalurgia, el aleante que ha sufrido una menor fluctuación en su coste, siendo además, el más barato de los descritos. A esta ventaja económica se une el hecho de que el níquel haya sido clasificado por la Unión Europea como sustancia peligrosa [5] [6] [7].

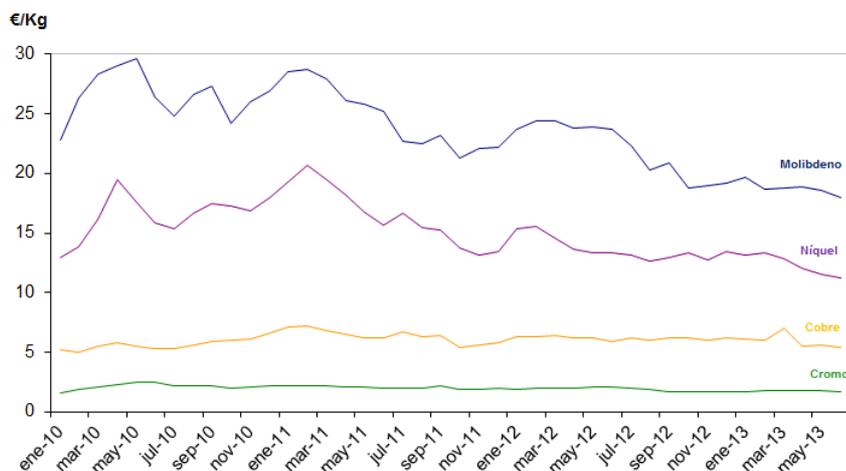


Fig. 2.2 Fluctuación de los precios de aleantes a lo largo de los años [35]



Debido a estas ventajas económicas, han sido numerosos los estudios relativos al análisis del comportamiento mecánico de elementos fabricados a partir de polvo aleado con cromo, siendo el más destacable de todos ellos el realizado por Höganäs [36]

Una vez elegidos los aleantes y la manera de unirlos al polvo base, comienza el proceso que se conoce como **mezclado de polvo**, que consiste en añadir carbono en forma de grafito para dar resistencia al producto [37]. En este proceso también se añaden ceras cuya misión es reducir la fricción durante el proceso de prensado [38].

Dado que las ceras se quemarán posteriormente en la primera fase del proceso de sinterizado, su tamaño afectará a la densidad del producto final [39] al afectar directamente al tamaño final de los poros [40].

Descrita la importancia tanto de la selección de la materia prima como del proceso de mezclado en el comportamiento del producto final, resulta obvia la necesidad de realizar un estricto control de este proceso. Esto puede realizarse a través de la medida de algunas de las siguientes características que tienen que ver con el tipo de materia prima o con el propio proceso de mezclado:

- *El Tamaño de las partículas de los diferentes aleantes.* Han sido muchos los estudios llevados a cabo para relacionar el tamaño del polvo utilizado con las propiedades finales del producto [41]. Así por ejemplo, se ha demostrado que la ductilidad del producto final aumenta conforme más finas son las partículas de cobre ya que menor será su porosidad. [8].
- *La Compresibilidad,* o capacidad del polvo para ser compactado. Si tenemos diferentes tipos de polvos y queremos conseguir una densidad igual para todos, se dirá que es más compresible aquel que necesite una menor presión para alcanzar la densidad buscada
- *La Fluencia.* Se define la fluencia como el tiempo en segundos que una cantidad de 50 gramos de polvo seco tarda en atravesar la abertura de un embudo normalizado. El caudal estará influenciado por el tipo y la cantidad de lubricante que se utilice en la mezcla [42].
- *Relación entre la presión radial (σ_r) y presión axial (σ_a).* Esta relación afectará al fenómeno de “springback”, que puede definirse como el aumento de volumen que experimenta un compacto una vez finalizado el proceso de prensado. Durante el prensado la pieza compactada acumula una presión radial que libera cuando deja de ser prensada [43].
- *Densidad aparente.* Determinada de acuerdo a la norma ISO 3923-1979 [44]. Esta característica está influenciada tanto por el tamaño de las partículas



utilizadas como por el tipo y la cantidad de lubricante que se ha introducido en la mezcla [45].

- *Resistencia en verde*: es la resistencia de la pieza compactada antes de ser sinterizada, se mide en MPa.

Una vez preparada la mezcla, comienza el proceso de **compactación** o **prensado**. Este proceso se lleva a cabo en prensas con herramientas específicas de compactado.

En la figura 2.3 se muestra un ejemplo de estas herramientas, también denominadas utillaje de prensado. El utillaje mostrado en la figura 2.3, concretamente, consta de 3 punzones superiores y 3 punzones inferiores, pero el número de punzones puede variar en función de la geometría de cada pieza. Estos utillajes se montan en los adaptadores fuera de la máquina, y posteriormente se introducen en la prensa.

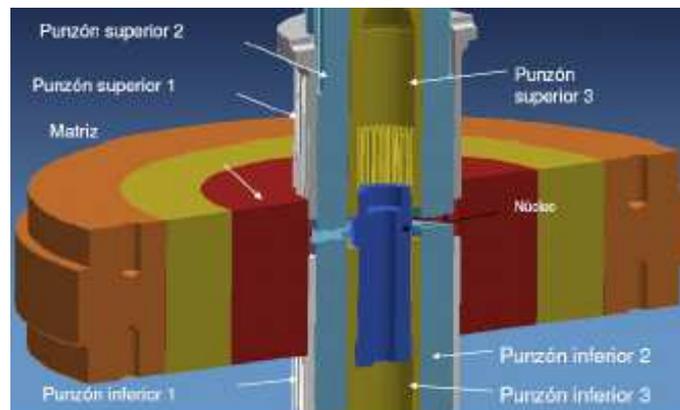


Fig. 2.3 Ejemplo utillaje formado por 3 punzones superiores y 3 punzones inferiores

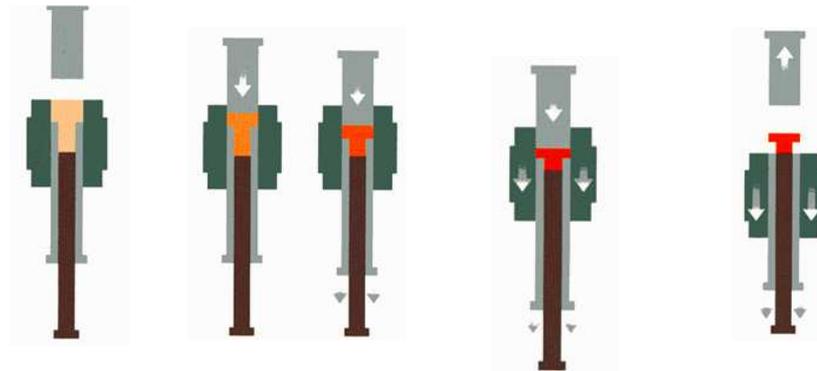
Todos los parámetros requeridos en este paso quedarán definidos por la *densidad en verde* que se quiere conseguir. Por lo tanto la propiedad más importante en este paso será la densidad del producto una vez finalizado el prensado.

La teoría del prensado, divide este proceso en cuatro pasos, reflejados en la figura 2.4.

El **proceso de llenado** comienza, como su propio nombre indica, cuando la matriz se llena de polvo que fluye desde el tolván, situado en la parte alta de la prensa [46]. Este paso es muy importante, ya que en función de lo bien que fluya el polvo se podrá aumentar el número de piezas fabricadas por minuto, lo que supone un aumento de la eficiencia del proceso [47]. Pero la calidad de un proceso de llenado se basa en el hecho de que todas las partes del interior de la matriz tengan la misma cantidad de polvo y dicha cantidad ha de ser exactamente la necesaria. En la realidad, es prácticamente imposible conseguir, a nivel industrial, un llenado perfecto



dada la gran variedad de factores que intervienen (geometrías de pieza complicadas, inercia del polvo durante el movimiento de la zapata, etc.).



a) Llenado b) Transferencia de polvo c) Densificación d) Extracción

Fig. 2.4 Etapas del prensado [48]

Durante el paso de **transferencia o transporte de polvo** (figura 2.4 b) los utillajes comienzan a moverse comprimiendo el polvo y dándole a la pieza su geometría final. El control de este paso se realiza a través del denominado *factor de llenado*, que es la relación entre la densidad aparente del polvo y la densidad del mismo tras la compactación. Tras este paso, las diferentes columnas de polvo tienen una altura mayor que la del producto final. La altura de estas columnas dependerá del factor de llenado junto con la dimensión final deseada. Aunque tras este proceso el polvo aún permanezca sin compactar, su importancia es grande porque influirá en la distribución de las densidades en el compacto final. Además, en este paso de proceso, un mal movimiento puede provocar grietas que comprometerán el producto final.

En el tercer paso, **densificación**, se lleva a cabo la compactación del polvo propiamente dicha mediante prensado. El tipo de prensado utilizado en este paso también influirá en la distribución de densidad dentro del compacto como indica la figura 2.5 [49]., en la parte de la izquierda se ve como si se deja el punzón inferior inmóvil, y se hace presión desde arriba, la distribución de densidades en la pieza es diferente a si se aplica fuerza desde los punzones superiores e inferiores. En este paso de proceso, las partículas de polvo se deforman mucho y se produce un aumento del área de contacto entre ellas. El primer fenómeno provoca un endurecimiento por deformación, mientras que el segundo, hace disminuir la tensión de cizalla entre las partículas y a la vez hace que los espacios vacíos (poros) vayan quedando aislados.

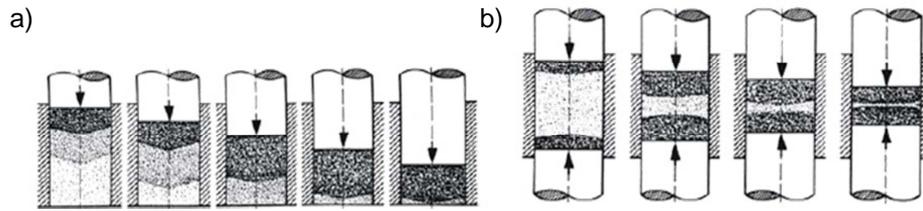


Fig. 2.5 Distribución de la densificación en función de las fuerzas aplicadas: a) prensado unidireccional b) prensado bidireccional

Es en este paso donde, al aplicar una presión axial, aparecen las tensiones radiales que, posteriormente, tras la extracción dan lugar al anteriormente citado “springback”, figura 2.6.

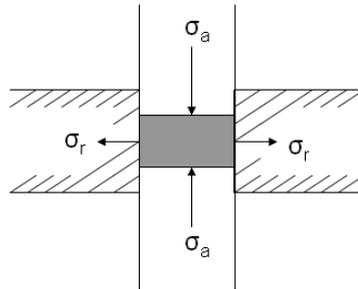


Fig. 2.6 Transmisión de tensiones en el compactado uniaxial

Por último, la **extracción** es el paso más difícil, ya que a pesar de que la pieza ya está compactada su consistencia es mínima y cualquier pequeño fallo en la extracción puede significar la aparición de defectos en la pieza. Cuando termina la densificación, los punzones superiores se retiran hacia arriba, mientras que la matriz se retira hacia abajo para dejar el compacto libre, como se muestra en la figura 2.4 d). Aquí, además del springback del propio compacto, hay que tener en cuenta la recuperación elástica de los diferentes punzones [50] [51], que puede llegar a provocar la aparición de grietas del tipo de las mostradas en la figura 2.7.

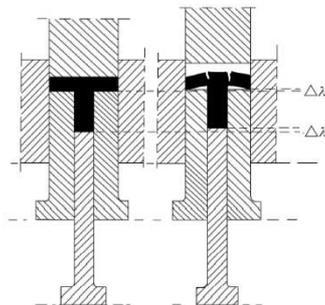


Fig. 2.7 Ejemplo de formación de grietas motivadas por la recuperación elástica de los utillajes.



Tras el proceso de prensado, en función de las especificaciones finales del producto, la pieza puede sufrir un proceso de doble prensado y doble sinterizado (DPDS) o un proceso de prensado y sinterizado simple (SPSS).

En el caso de DPDS, el paso posterior al compactado es lo que se denomina, **sinterizado a baja temperatura**. El objetivo de este paso de proceso es dar a la pieza la altura deseada y disminuir los posibles errores de forma, tanto en el exterior como en el interior de la pieza. La temperatura a la que se realiza, aunque baja, debe ser superior a la temperatura de recristalización del material [52]. La correcta elección de esta temperatura tendrá influencia en las características finales, tanto dimensionales como mecánicas, del producto [53].

Además, las condiciones elegidas en este paso de proceso marcarán, en cierta medida, las condiciones del siguiente paso de proceso, el **calibrado**. [54] [55], que es una operación cuya finalidad es mejorar las tolerancias dimensionales de la pieza, tanto diametralmente como en las alturas.

Tanto los productos fabricados DPDS tras el recalibrado, como los que se fabrican por el proceso SPSS tras el prensado, pasan al proceso de **sinterizado**.

Existen multitud de definiciones de sinterizado, pero nos quedaremos con la que lo define como “*un tratamiento térmico para unir partículas en una estructura coherente, predominantemente sólida, mediante un transporte de masa que ocurre a nivel atómico*” [56].

Aunque esta definición parece sencilla y, como todo tratamiento térmico, su resultado dependerá en gran medida de la temperatura y tiempo de sinterizado, el hecho de que el proceso de unión se realice mediante un mecanismo de transporte de masa a nivel atómico, hace que existan muchos otros parámetros que influyen en el resultado final de este proceso.

Para entender la complejidad de este proceso, es necesario analizar, siquiera brevemente, en que consiste la teoría de la sinterización, que como ya se comentó, se basa en el transporte de masa a nivel atómico. Según esta teoría, los átomos se trasladan de un lugar a otro activados por la temperatura, que les libera de las restricciones a las que están sometidos en la pieza en verde. El factor fundamental e impulsor para que este proceso suceda, es la diferencia de energía libre entre los estados de la pieza al inicio y fin de la sinterización: compactado y sinterizado [57]. Esta transformación desde el estado compactado al sinterizado se lleva a cabo en las siguientes etapas:

- a) **Iniciación y desoxidación**, en esta etapa se forman los llamados cuellos en los puntos de contacto entre las partículas individuales, es decir, tiene lugar el transporte inicial del material en los puntos de contacto de las partículas. Esto se



evidencia por medio de un aumento simultáneo de la conductividad de la pieza. Aumentando la temperatura y el tiempo de sinterizado, aumenta la resistencia de los cuellos, lo que origina un aumento de la resistencia total del compacto y, en una etapa posterior, también de la ductilidad.

En esta primera etapa también tiene lugar la eliminación de los óxidos que pudiera haber entre las partículas de polvo. La aparición de estos óxidos puede haberse producido durante el propio proceso de fabricación del polvo de partida o a lo largo de los diferentes procesos previos al sinterizado

- b) **Difusión:** Como su propio nombre indica, durante esta etapa, gobernada por la ecuación de Arrhenius¹ y las leyes de Fick², se producen los fenómenos de difusión que darán lugar a la formación de los enlaces químicos entre los elementos que constituían el polvo de partida. Obviamente esta etapa dependerá de la temperatura y del tiempo, pero también se verá muy influenciada, como veremos más adelante, por el tipo de atmósfera del horno en el que se realice el sinterizado
- c) **Enfriamiento rápido:** Tras la difusión y con objeto de obtener una microestructura de elevada resistencia y dureza, el material se somete a un enfriamiento rápido al objeto de conseguir estructuras metaestables de temple. La velocidad de enfriamiento se verá afectada por el espesor del producto sinterizado. Así, en productos con espesores elevados, las zonas superficiales sufrirán un enfriamiento mucho más rápido que el núcleo [60], por lo que una misma pieza pueden mostrar diferentes microestructuras y propiedades en función de la zona analizada.

Como ya se comentó anteriormente, el resultado obtenido tras el sinterizado también dependerá del tipo de horno en el que se realice. Principalmente se utilizan dos tipos de horno: el horno de bandas y el horno de rodillos.

El *horno de banda* es un horno abierto donde el transporte de las piezas a lo largo del horno se lleva a cabo sobre placas cerámicas apoyadas en una banda de acero. La atmósfera utilizada en estos hornos es una atmósfera de endogas, generada a partir de gas natural y aire comprimido de acuerdo a las siguientes reacciones:



Ecuación de Arrhenius¹ *Expresión matemática a través de la cual se demuestra la dependencia de la constante de velocidad de una reacción con la temperatura a la que se lleva a cabo esa reacción*

² *Leyes de Fick leyes que describen los distintos modos de difusión a nivel molecular en forma de ecuaciones diferenciales*



El *horno de rodillos*, por su parte, consta de diferentes compartimentos separados por lo que se denomina “esclusas”. El transporte de las piezas a lo largo del horno se realiza apoyándolas en placas que deslizan sobre rodillos accionados mecánicamente.

En cada tipo de horno existirán tres zonas diferenciadas:

En la primera, *ZONA I*, llamada zona de estearatos, la temperatura oscila entre 600°C-800°C, en esta zona se queman las ceras que se habían añadido para mejorar el proceso de prensado y se produce la desoxidación.

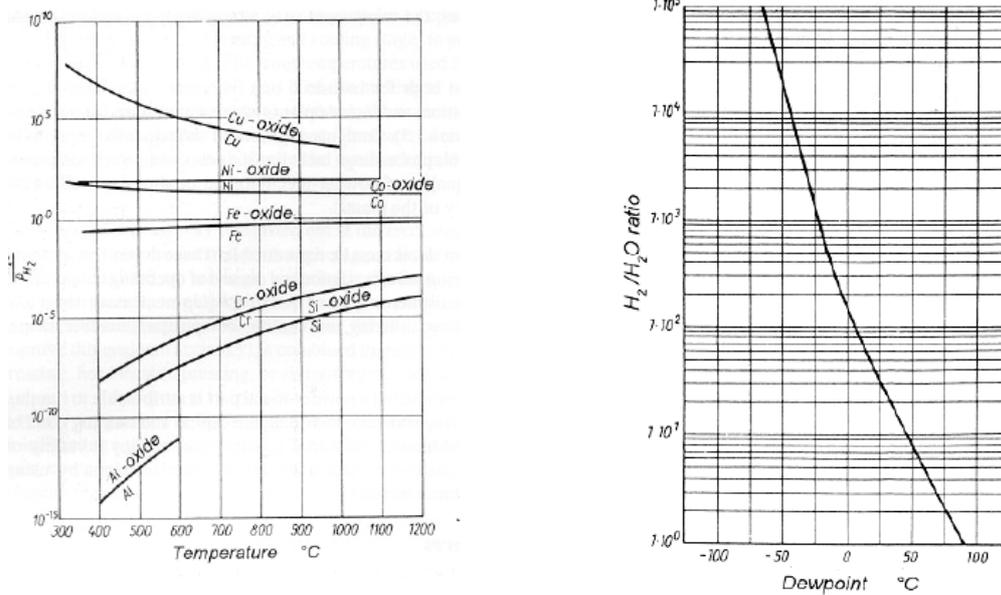
En la *ZONA II*, se produce el sinterizado propiamente dicho. Las temperaturas en esta parte del horno oscilan entre 1120°C-1150°C y es donde tiene lugar la difusión. Lo más importante de esta zona es la calidad de la atmósfera, o lo que es lo mismo, su capacidad para proteger al material frente a la oxidación.

Teniendo en cuenta la reacción de oxidación de un metal (expresión (2.3)), la ocurrencia o no de este fenómeno, dependerá del sentido de la reacción, que a su vez vendrá determinado por la presión parcial de oxígeno. Cuando la presión parcial del oxígeno es elevada, la reacción se desplaza a la derecha, provocando la oxidación del material.



La presión de equilibrio dependerá de la actividad del metal. La susceptibilidad de un elemento por el oxígeno se analiza a través del cambio en entalpía de formación del óxido (ΔG), el cual indica cómo se oxidan los materiales. El diagrama Richardson-Ellingahm (figura 2.8 **Fig. 2.8.a**) nos proporciona, para cada tipo de óxido, la variación de ΔG con la temperatura. No obstante, en la práctica, lo que se controla en el horno en todo momento es el punto de rocío o “dew point”³, calculado a partir de gráficos como el mostrada en la figura 2.8b).

³ Dew ponint (punto de rocío) cantidad de agua que contiene la atmósfera. Si se alcanza una temperatura menor que la del punto de rocío se empiezan a formar las primeras gotas de condensación.



a) Curvas de equilibrio para atmósferas con humedad

b) Correlación entre P_{H_2O}/P_{H_2} 63

Fig. 2.8 Correlaciones para controlar la atmósfera del horno [61]

La *Zona III*, o zona de enfriamiento rápido, es en la que se produce el proceso de temple. Esta zona es realmente importante, ya que define la velocidad de enfriamiento del sólido, por tanto, su microestructura y comportamiento final [62] [63]. Así, conforme crece la velocidad de enfriamiento, mayor será la dureza y el comportamiento a fatiga del material, disminuyendo, obviamente su ductilidad y tenacidad [64].

Descrito si bien someramente, el proceso de sinterizado, queda patente su complejidad y la razón por la que no existe una teoría capaz de definir el proceso en toda su envergadura y, que por lo tanto, permita predecir las propiedades finales de los productos. Sin embargo, la sinterización es una técnica y, como tal, puede parametrizarse y controlarse. Los principales parámetros que influirán en el proceso de sinterizado son:

- *Temperatura y tiempo de sinterizado:* en función del material, geometría, y densidad de la pieza, quedarán definidos la temperatura y el tiempo necesarios para que se produzca un sinterizado adecuado.
- *Estructura geométrica de las partículas de polvo:* Cuanto menor sea el tamaño de las partículas más rápido se produce su sinterizado [65]. Sin embargo, los polvos más finos son más difíciles de compactar y sufren un cambio dimensional mayor.
- *Densidad del producto prensado,* a mayor densidad, más eficaz será el proceso de sinterizado.



- *Aleantes*: hay aleantes más afines al óxido que otros, y no todos los aleantes pueden sinterizarse en el mismo tipo de atmósfera.
- *Tipo de atmósfera*, la atmósfera elegida debe ser apropiada para el tipo de aleantes utilizados [66].

En algunas ocasiones, y al objeto de relajar las tensiones generadas en el proceso de temple, las piezas sinterizadas se someten a un tratamiento térmico de revenido [67] [68].

Existen una serie de operaciones secundarias, como son el mecanizado y el desbarbado, aplicadas en algunos casos, cuya finalidad es que el producto final cumpla con las especificaciones dimensionales. No obstante puede considerarse que estas operaciones no afectan a las propiedades mecánicas del producto por lo que no se describir.

2.2 EL CUBO SINCRONIZADOR

Como ya se ha comentado anteriormente, son muchas las ventajas que aporta la introducción de técnicas pulvimetalúrgicas en la fabricación de piezas para el sector del automóvil [1] [2] [3]. La ligereza de los productos obtenidos así como el ahorro económico que supone el uso de estas técnicas, hace que hoy en día, piezas como el cubo sincronizador se fabriquen por pulvimetalurgia.

El cubo sincronizador es una pieza fundamental en una caja de cambios manual y su geometría debe de estar sometida a un estricto control. Hay que tener en cuenta que la caja de cambios es un sistema complejo de engranajes, y como tal, el ajuste entre las diferentes piezas es la clave para que la transmisión de movimientos sea la esperada. Además, una dificultad añadida es que cada caja de cambios está compuesta por multitud de piezas de muchos proveedores diferentes. Por ejemplo, la caja de cambios DQ200 de Volkswagen está compuesta por 200 piezas diferentes de 50 proveedores distintos. [69].

En la figura 2.9 se muestra el esquema de una caja de cambios de cinco velocidades, se ve que en el eje principal están las marchas 3^o, 4^o, 5^o y reversa y en el eje secundario, la 1^o y la 2^o.

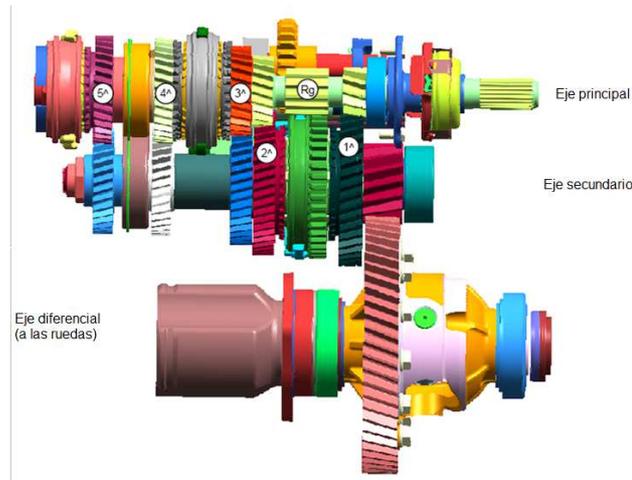


Fig. 2.9 Ejemplo de una caja de cambio manual de 5 velocidades

La caja de cambios está compuesta por conjuntos sincronizadores, que son los que, a través de un complejo mecanismo, hacen que se produzca el cambio de una marcha a otra. En este mecanismo intervienen las partes mostradas en la figura 2.10 y que se describen a continuación:



Fig. 2. 10 Elementos en un eje sincronizador

Las marchas: montadas libres en el eje, como se muestra en la figura, llevan un cono macho de fricción y un dentado de acoplamiento.

Los anillos sincronizadores de las marchas: son el cono hembra de fricción y el elemento que impone la interacción durante la sincronización.

Los tres fiadores: este conjunto permite que el anillo de sincronización se mueva suavemente cuando el manguito entra en acción.

El manguito deslizante es el elemento de acoplamiento que hace solidario el eje con las marchas por medio del cubo sincronizador.



El cubo sincronizador va completamente fijo al árbol mediante su dentado interior (figura 2.11) y permite que el manguito se deslice a la vez que acondiciona la retención de los 3 fiadores espaciados 120° y sus 2 muelles. En la figura 2.11 se muestran las diferentes partes del cubo sincronizador.

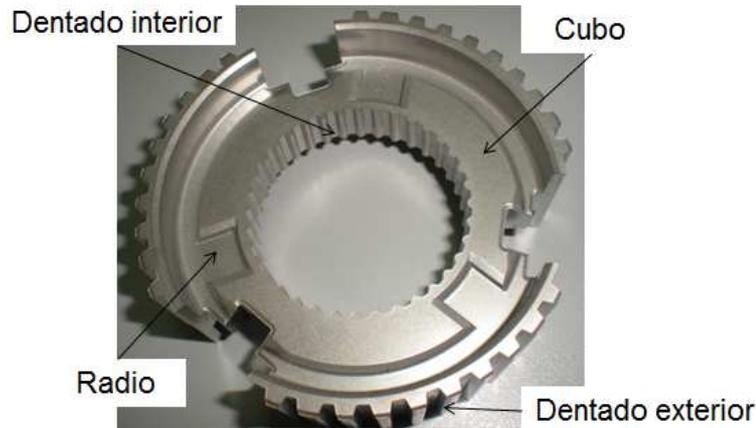


Fig. 2.11 Cubo Sincronizador con sus diferentes partes

El cubo sincronizador es la pieza que permite realizar el cambio de velocidad, sincronizando las dos velocidades existentes en el proceso de cambio de marcha, para que otras partes móviles de la caja puedan seleccionar los engranajes adecuados en cada marcha. Además, los ajustes entre las diferentes partes de la caja se hacen en gran medida a través del acople entre el dentado exterior del cubo sincronizador y el interior del manguito. Estos ajustes pueden producirse con interferencia o con juego [70]. La diferencia entre los valores del diámetro interior del manguito y el diámetro exterior del dentado del cubo es lo que determina el ajuste funcional entre las partes, pudiendo ser con apriete o con interferencia.

Explicada su función queda patente que las diferentes partes del cubo sincronizador deberán soportar diferentes tipos de sollicitaciones.

En el caso del dentado interior del cubo, el mayor esfuerzo que ha de soportar se produce durante el proceso de montaje. Generalmente, para definir si la pieza cumple las especificaciones, se analiza que la fuerza necesaria para su montaje en un determinado eje se encuentre dentro de determinados límites. Así, si la fuerza de montaje es demasiado pequeña, significa que el cubo tiene más juego del necesario, y si es mayor que tiene más interferencia de la que necesaria.

Por su parte, el dentado exterior deberá soportar las fuerzas que se generan durante el proceso de cambio entre dos marchas. Este cambio puede clasificarse en dos categorías:

- Cambio de una marcha a otra con el automóvil en movimiento.



- Cambio desde el reposo hasta la marcha requerida (1^o y marcha atrás).

Aunque el proceso mecánico de cambio sucede en ambos casos de la misma forma, porque siempre se pasa por una posición neutral, el par que se transmite en el proceso es mucho mayor en el que supone el inicio del movimiento (par de cambio de arranque).

Sin entrar a describir el proceso completo que supone el cambio de marcha, el cubo sincronizador será el encargado de transmitir al eje el par que supone el cambio de marcha. Este par, que será variable en función del cambio de marchas que se realice, lo recibirá del manguito, a través del engrane entre el dentado interior de éste y el exterior del cubo.

Queda patente, por tanto, que el cubo sincronizador deberá soportar, durante su servicio, un complejo proceso de cargas, tanto estáticas como dinámicas para el cual debe estar diseñado y fabricado.

Así, además de un control dimensional muy preciso, el cubo deberá poseer una elevada dureza y resistencia mecánica, propiedades que mejoran su comportamiento al desgaste y a la fatiga, todo ello sin comprometer demasiado su tenacidad.

Como hemos visto, todas estas propiedades puede obtenerse a través de la utilización de técnicas pulvimetalúrgicas que hacen que la fabricación del cubo sincronizador de las cajas de cambio resulte francamente competitiva frente a otros procesos [71] [72] [73]. Aun así, la continua presión de los grandes fabricantes de automóviles hacia sus proveedores para conseguir una reducción de coste, hace que tanto la selección de materiales como el proceso de sinterizado estén sometidos a un continuo desarrollo.

No obstante, bien a través de la introducción de nuevos materiales o de la modificación del proceso, el gran número de variables implicadas hace que el desarrollo de nuevos productos sinterizados conlleve un alto coste en I+D.

Cualquier pequeño cambio en el proceso puede suponer variaciones importantes en las propiedades finales del producto, por lo que un análisis temprano de dichas propiedades supondrá un ahorro económico muy importante. Aunque algunas propiedades no resultan difíciles de medir, hay otras, como la resistencia mecánica o la ductilidad, que resultan imposibles de obtener directamente, debido a la geometría de los cubos sincronizadores.

En este contexto queda patente el beneficio que supondría la utilización de un método de ensayo capaz de caracterizar mecánicamente estos productos de manera rápida y fiable, posibilitando una toma de decisiones temprana basada en dicha información.



2.3 EL ENSAYO MINIATURA DE PUNZONADO O SMALL PUNCH TEST (SPT)

El ensayo miniatura de punzonamiento, *EMP*, o Small Punch Test, *SPT*, como se denomina en la literatura científico técnica se define como un “ensayo mecánico llevado a cabo sobre una probeta de pequeñas dimensiones, mediante la aplicación mecánica de carga sobre una de las superficies de la probeta para investigar su respuesta a dicha carga [74].

Debido al pequeño tamaño de las probetas utilizadas en este ensayo es que puede considerarse como cuasi-no destructivo. Las ventajas de este ensayo frente a otros ensayos no destructivos (TND) como son los rayos X, ultrasonidos o técnicas magnéticas, es que el SPT permite obtener las propiedades mecánicas del material analizado de forma directa, mientras que las TND se basan en medidas indirectas para estimar algunas de dichas propiedades.

2.3.1 Historia del SPT

Los ensayos mecánicos miniatura se vienen desarrollando desde el año 1970, pero es en 1981 cuando se inicia el desarrollo del ensayo SPT en el MIT, utilizándolo por primera vez para estudiar la fragilización por radiación de los materiales [75]. Posteriormente, la universidad de Tohoku (Japón), junto con el instituto japonés de investigación sobre energía atómica (JAERI) continuó el desarrollo de este ensayo [76]. Por su parte en USA fue EPRI el organismo que se encargó de su desarrollo, mientras que en Europa los primeros trabajos sobre este ensayo aparecen en 1992 de la mano de la universidad de Swansea y el ERA en el reino Unido y del CESI, en Italia [77].

Actualmente, el SPT es un método de ensayo que se utiliza para estimar diferentes propiedades mecánicas de los materiales, como son las propiedades mecánicas a tracción, la temperatura de transición dúctil-frágil, el comportamiento a fractura y a fluencia, así como para estudiar fenómeno de fragilización, incluida la fragilización asistida por el medio ambiente. [78] [79] [80] [81].

Además, en virtud del pequeño tamaño de las probetas que utiliza, constituye un ensayo muy apropiado para caracterizar mecánicamente zonas muy pequeñas, que no sería posible analizar con otro tipo de ensayos.

2.3.2 Descripción del ensayo

Lo más característico de este ensayo, que es lo que le proporciona la ventaja frente al ensayo convencional de tracción, son las pequeñas dimensiones de las probetas utilizadas.



En un principio se utilizaron probetas de geometría circular (3 mm de diámetro y 0.25 mm de espesor), por ser el tipo de probeta utilizada en microscopía electrónica de transmisión [82] En la actualidad, es frecuente el uso de probetas cuadradas, de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ de sección y 0.5 mm de espesor. El motivo de adopción de este tipo de geometría es lo fácil que resulta obtener ésta geometría a partir de la parte no dañada de probetas tipo Charpy [83].

El ensayo consiste en fijar la periferia de la probeta, sujetándola firmemente entre dos matrices, para posteriormente deformarla hasta su rotura utilizando un punzón de cabeza semiesférica (de 1.25 o de 0.5 mm de radio respectivamente para los dos tipos de probeta mencionados), tal y como se esquematiza en la figura 2.12.

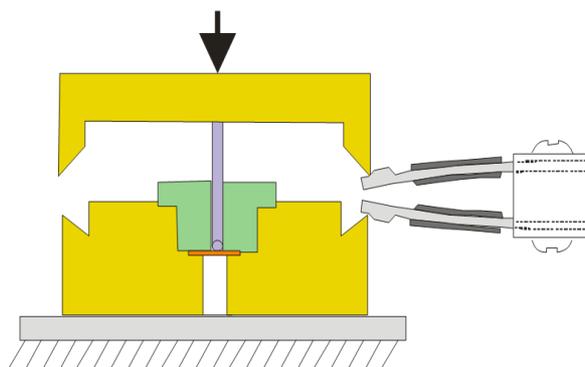


Fig.2.12: Esquema general del ensayo SPT

Con la ayuda de un extensómetro, que se coloca entre la matriz fija y la móvil se obtiene el desplazamiento del punzón que, previa corrección de la flexibilidad del dispositivo de ensayo, permite calcular el desplazamiento del punto central de la probeta en el curso del ensayo.

Los datos de la fuerza aplicada y del desplazamiento del punto de carga (P,d) generados en el ensayo, nos permiten obtener la curva característica del ensayo que, en el caso de un material dúctil, muestra la forma que se expone en la figura 2.13.

En la figura 2.13 se muestran las siguientes zonas características [84].

- Zona I, que corresponde a la deformación inicial, predominantemente elástica.
- Zona II representativa de una deformación mayoritariamente plástica.
- Zona III en la que la deformación plástica es generalizada y se extiende a toda la probeta, hasta que en las proximidades del máximo de carga se inicia el proceso de adelgazamiento local (estricción) y agrietamiento.



- Zona IV, caracterizada por el crecimiento del daño o grieta hasta alcanzar el espesor completo de la probeta para continuar avanzando circunferencialmente hasta que sobreviene la fractura total de la probeta.

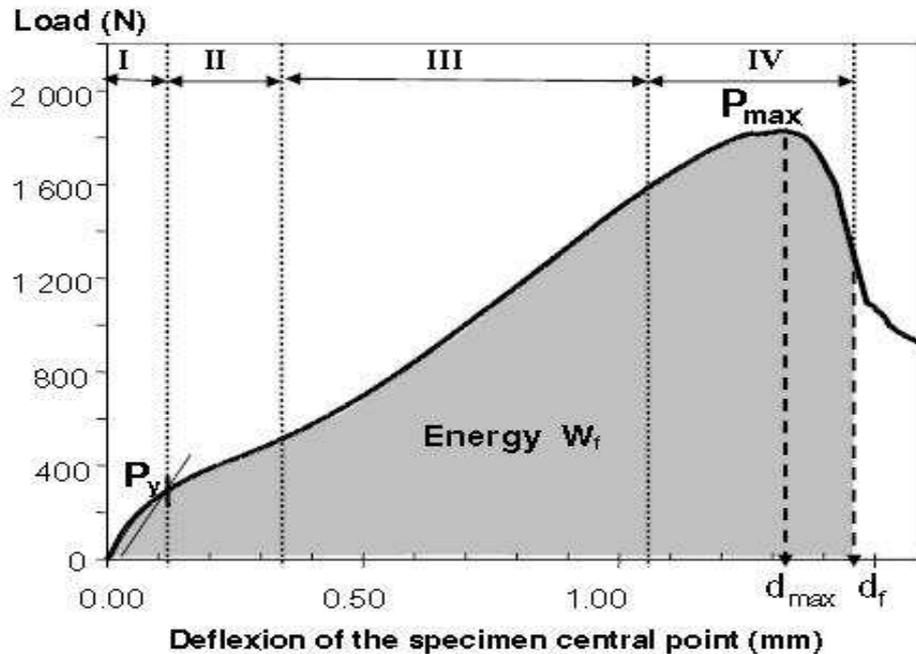


Fig. 2.13. Curva carga desplazamiento de un ensayo EMP realizado sobre un material dúctil

A partir de esta curva se pueden obtener una serie de valores de carga y desplazamiento que, una vez convenientemente tratados, se convertirán en parámetros característicos del ensayo:

En primer lugar, en la transición entre la Zona I y la Zona II de la curva, se puede obtener un valor de fuerza para la que se inicia el régimen plástico, P_y , que una vez dividida por el espesor inicial de la probeta, t , al cuadrado, nos proporcionará el parámetro P_y/t^2 , parámetro que se ha demostrado está directamente relacionado con el límite elástico a tracción de los materiales metálicos [10], mediante expresiones del tipo [85] [86]:

$$\sigma_y = \alpha \cdot \frac{P_y}{t^2} \quad (2.4)$$

$$\sigma_y = \alpha_1 + \alpha_2 \cdot \frac{P_y}{t^2} \quad (2.5)$$

Siendo α , α_1 , α_2 constantes para un determinado tipo de material metálico.

Aunque la existencia de estas relaciones está apoyada por todos los investigadores en este campo, la diferencia entre unos y otros radica en la forma de obtener el valor de la carga P_y .



Uno de los métodos más utilizados para la determinación de esta carga es el propuesto por Mao y Takakashi, que proponen trazar una tangente a la zona inicial I, y otra tangente en la zona II (figura 2.14: P_{y_Mao}) definiendo P_y como el valor de la carga correspondiente al punto de intersección de ambas tangentes [87]. Por su parte, la propuesta del “código de buenas prácticas para el ensayo SPT” [88], tiene como base la anterior, pero define P_y como la proyección vertical del punto de intersección de las tangentes sobre la curva de ensayo (P_{y_CEN} , en figura 2.14).

Otras propuestas consisten en calcular P_y como el punto de corte de la curva con una recta paralela a la zona elástica desplazada un cierto valor, que generalmente se toma como $t/10$ o $t/100$, siendo t el espesor inicial de la probeta ($P_{y_t/10}$, $P_{y_t/100}$, en figura 2.14). La propuesta más reciente ha sido realizada por Lacalle et al. [75] consistente en tomar como valor de P_y el correspondiente a un punto de inflexión localizado en la zona I (P_{y_inf}), que teóricamente separaría la región de indentación inicial que existe en la región de contacto entre el punzón y la probeta con la extensión de la deformación plástica en todo el espesor de la probeta [89].

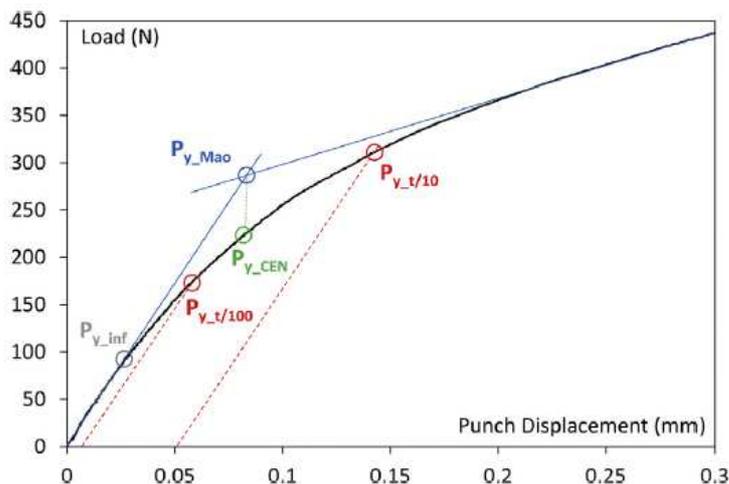


Fig. 2.14 Diferentes propuestas de determinación de P_y

Por su parte, el punto correspondiente a la carga máxima del ensayo, nos proporcionará los valores P_{max} y d_{max} .

El valor de P_{max} una vez convenientemente tratado, dividiéndolo por el espesor inicial de la probeta al cuadrado (P_{max}/t^2) o por el espesor de la probeta y el desplazamiento máximo ($P_{max}/t \cdot d_{max}$), parece estar relacionado con la resistencia mecánica a tracción de los aceros mediante relaciones del tipo [90]:

$$\sigma_u = \beta_1 \cdot \frac{P_{max}}{t^2} + \beta_2 \quad (2.6)$$

$$\sigma_u = \beta \cdot \frac{P_{max}}{t^2} \quad (2.7)$$

$$\sigma_u = \beta_1 + \beta_2 \cdot \frac{P_{mx}}{td_{max}} \quad (2.8)$$



$$\sigma_u = \beta \cdot \frac{P_{mx}}{td_{max}} \quad (2.9)$$

Donde β , β_1 y β_2 , son constantes para tipo de material metálico.

En cuanto al desplazamiento en el punto de carga máxima, d_{max} , parece estar relacionado con el alargamiento a rotura en un ensayo de tracción [91]. a través de relaciones del tipo:

$$A(\%) = \gamma_1 + \gamma_2 \cdot \frac{d_{max}}{t} \quad (2.10)$$

$$A(\%) = \gamma \cdot \frac{d_{max}}{t} \quad (2.11)$$

Donde γ , γ_1 y γ_2 , son constantes para tipo de material metálico.

Comentar, por último, que aunque la mayoría de los materiales metálicos ensayados mediante el ensayo SP muestran un comportamiento dúctil, con una curva característica semejante a la mostrada en la figura 2.13, en el caso de materiales con comportamiento más frágil (aceros de alta resistencia, aluminios ...) se obtiene una curva característica que únicamente difiere de la primera en que presenta un acortamiento de la Zona III, zona que presenta un menor endurecimiento conforme decrece la ductilidad del material.

En el caso de materiales con comportamiento muy frágil la zona III prácticamente desaparece y la rotura sobreviene sin apenas endurecimiento una vez sobrepasada la zona II. En este caso además la forma de rotura de la probeta tiene una forma de estrella característica (figura 2.15. a), muy diferente a que presentan los materiales dúctiles (figura 2.15. b).



a) Aspecto de una probeta de ensayo SPT en un material frágil



b) Aspecto de una probeta de ensayo SPT en un material dúctil

Fig. 2.15 Ejemplos de probetas tras el SPT



Antecedentes

3.MATERIALES Y MÉTODOS



Materiales y métodos



CAPÍTULO 3

MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En pulvimetalurgia, hay que tener en cuenta la aplicación que va a tener el producto final, y en función de dicha aplicación seleccionar la materia prima adecuada y el proceso de fabricación. Además, el proceso de fabricación queda determinado tanto por el polvo que se utilice como por las dimensiones y propiedades finales que se exijan.

En el entorno industrial el objetivo es siempre el de asegurar la calidad del producto final con el menor número de análisis, ya que el número de análisis implica un aumento del coste en el producto final.

Este capítulo está dividido en dos partes, en una primera, se describen tanto las materias primas utilizadas como los procesos de fabricación que coinciden con los que realmente se utilizan en la obtención de los cubos sincronizadores en la empresa PMG-As. En la segunda parte, se describen los procedimientos experimentales que se llevaron a cabo para caracterizar los diferentes productos. Se ha de señalar que los ensayos que normalmente se emplean durante la producción en serie, se llevaron a cabo en los laboratorios de PMG-As, mientras que los ensayos de caracterización mecánica, realizados especialmente para este trabajo de investigación se han realizado en las instalaciones de la Universidad de Oviedo.



3.1 MATERIALES

3.1.1 Materias primas

Las materias primas utilizadas en este trabajo fueron tres tipos de polvos comerciales diferentes, Distaloy AE®, Distaloy HP® y Astaloy CrM®, suministrados todos ellos por el proveedor de polvos de hierro Högånäs AB. En la figura 3.1 se muestra la morfología de cada uno de ellos.

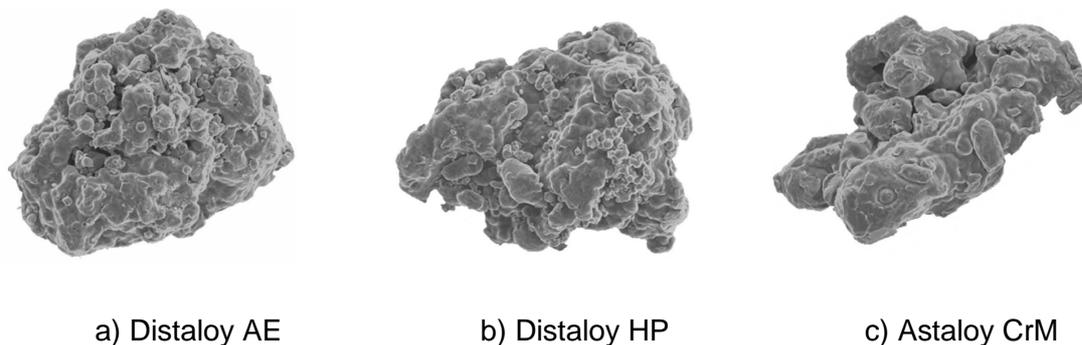


Fig. 3.1 Morfología de los tres tipos de polvo usados

El *Distaloy AE*®, que a partir de ahora denominaremos *AE*, es un polvo de hierro puro, ASC 100.29, al que se le añaden por difusión Ni, Cu y Mo como aleantes. El hecho de que la unión se produzca por difusión hace que el material muestre una elevada comprensibilidad y una gran resistencia en verde [92].

El *Distaloy HP*®, a partir de ahora *HP*, es un polvo de hierro con los mismos aleantes que el anterior, pero conteniendo el molibdeno como prealeación, mientras que el resto (Ni y Cu) están unidos al polvo base por difusión. Este polvo presenta cambio dimensional estable.

El *Astaloy CrM*®, en adelante *CrM*, es un polvo de hierro prealeado con Mo y Cr y posteriormente atomizado en agua. La ventaja de este polvo frente a los anteriores es su bajo coste, al ser el Cr el elemento aleante más barato y el que ha sufrido menos fluctuaciones en el transcurso de los años. Esta ventaja se ve favorecida por el hecho de que el níquel haya sido clasificado como sustancia peligrosa por la Unión Europea [5] [6] [7].

Tabla 3. 1 Composición química teórica de los polvos utilizados

	Polvo base	Método de aleación	Ni (%)	Cu (%)	Mo (%)	Cr(%)
AE	ASC100.29	100% difundido	4.00	1.50	0.50	-
HP	Astaloy Mo	Mo prealeado	4.00	2.00	1.40	-
CrM		Mo y Cr prealeados	-	-	0.50	3.00



En la tabla 3.1 se recoge la composición química de los polvos proporcionada por el fabricante.

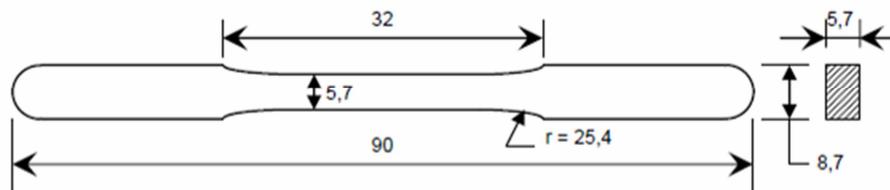
El fabricante también proporciona propiedades tales como la densidad aparente, el índice de fluencia y la compresibilidad, que son las características afectadas principalmente por el tamaño de partícula, ya que estas propiedades influyen directamente en el comportamiento mecánico del producto final [93] En la tabla 3.2 se muestran los valores de estas propiedades para cada uno de los polvos utilizados.

Tabla 3.2. Propiedades indicadas en los certificados del proveedor

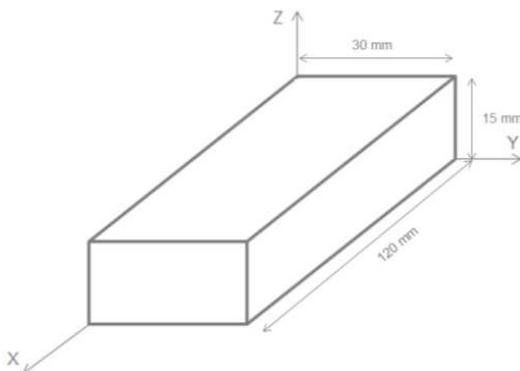
	Densidad aparente (g/cm ³)	Fluencia (s/50g)	Compresibilidad (g/cm ³)
AE	3.02	36	7.10
HP	3.11	36	7.01
CrM	2.79	34	6.92

3.1.2 Geometría de las muestras

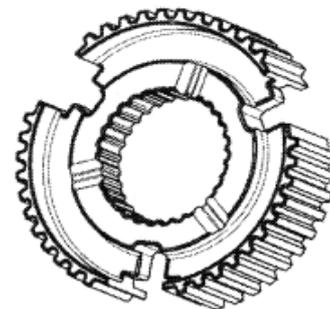
A partir de cada materia prima se fabricaron muestras con tres tipos diferentes de geometría:



a) Muestras T (dimensiones en mm)



b) Muestras B



c) Muestras P

Fig. 3.2 Geometrías de los tres tipos de muestras utilizadas

- Muestras con la geometría de una probeta de tracción standard según la norma ISO 2740-1999 [94]. Las dimensiones de este tipo de probetas, de sección transversal rectangular, viene recogida en la figura 3.2.a. En adelante, cuando se haga referencia a este tipo de muestra utilizaremos la letra *T*.



- Muestras con forma paralelepédica, de dimensiones 30 x15 x 120 mm³ (figura 3.2 Fig. 3.2 b)) a las que denominaremos muestras *B*. A partir de estas muestras se extraerán probetas destinadas a distintos tipos de ensayo.
- Por último las muestras tipo *P*, son los propios cubos sincronizadores fabricados durante una producción en serie de la empresa PMG-As y cuya geometría típica se recoge en la Fig. 3.2 3.2c y cuyas dimensiones varían en las piezas usadas para este trabajo entre diámetros exteriores de 66 mm y 96 mm y alturas de entre 20 mm y 24 mm.

3.1.3 Proceso de fabricación

Como ya se mencionó en el *Capítulo 2 Antecedentes*, la pulvimetalurgia ofrece una gran variedad de procesos de fabricación en función tanto de las propiedades mecánicas finales deseadas como de las tolerancias dimensionales exigidas, o de los equipos disponibles. En este apartado se describirán los procesos seguidos para obtener los diferentes productos. Estos procesos son procesos industriales reales llevados a cabo durante una fabricación en serie de cubos sincronizadores en las instalaciones de PMG-As.

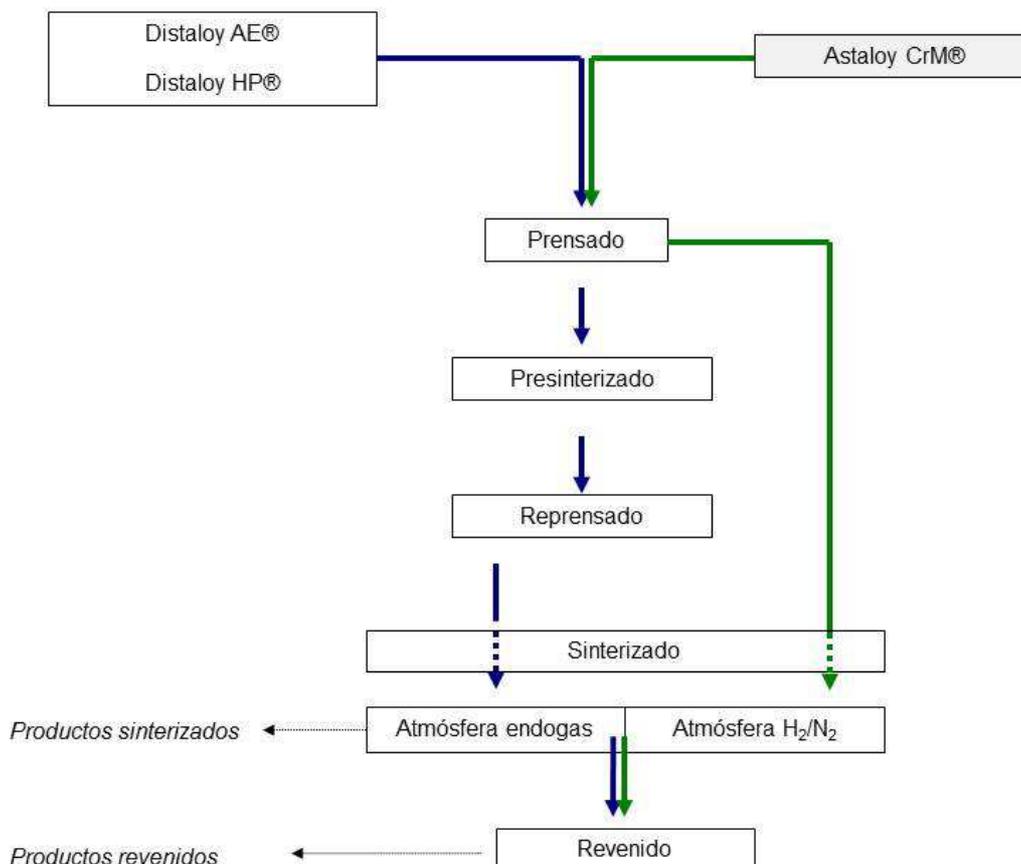


Fig. 3.3 Esquema del proceso de fabricación seguido por los diferentes tipos de producto



Para todos los productos obtenidos a partir de los polvos AE y HP se utilizó el proceso que se conoce como prensado doble (2P2S) y para los productos CrM se utilizó el prensado simple (1P1S). En la figura 3.3 se definen, de manera esquemática los diferentes procesos, en función de la materia prima utilizada.

Mezclado de polvos

El proceso de mezclado de los polvos base con grafito y lubricante fue realizado por el proveedor de polvos en el caso de las muestras tipo T y tipo B, mientras que para los cubos sincronizadores (muestras tipo P) este proceso se realizó en las instalaciones de PMG-As.

La Tabla 3.3 muestra los porcentajes de producto utilizados en cada caso. En este caso también se añadió MnS de cara a facilitar posteriores procesos de mecanizado [95] [96]

Tabla 3.3 Porcentaje de grafito, ceras y MnS utilizados en el mezclado

	Grafito UF4 (%)	Ceras (%)	MnS (%)
AE	0,50	0,80	-
HP	0,60	0,80	0.50
CrM	0,45	0,80	0.30

El grafito utilizado en este caso ha sido un grafito natural (UF4) con un tamaño de partícula de entre 2.5 y 11 μm y un porcentaje en carbono del 96.6%.

En cuanto al lubricante, en este trabajo se han usado ceras LICOWAX, con base amidas.

Prensado o compactado

El prensado de las muestras B y muestras T, lo llevó a cabo el proveedor de polvos metálicos, Höganäs AB. En este caso se trata de un prensado sencillo, con un utillaje compuesto por dos punzones, uno superior y otro inferior, a los que se aplica la presión necesaria en cada caso para alcanzar las densidades deseadas.

Tabla 3. 4 Fuerzas de prensado para cada tipo de geometría y material

	Muestras T (kN)	Muestras B (kN)	Muestras P (kN)
AE	709	2127	1225
HP	714	2142	2115
CrM	724	2172	2300



En cuanto a los cubos sincronizadores, el utillaje utilizado en el prensado consta para cada una de las materias primas de un número diferente de punzones. En el caso de los cubos fabricados a partir de polvos AE el utillaje está formado por dos punzones superiores y 2 inferiores. Sin embargo, para los cubos sincronizadores fabricados a partir de las otras dos materias primas, el utillaje consta de dos punzones superiores y tres inferiores. El número de punzones queda definido en la fase de diseño en función de una serie de variables, explicadas de manera detallada en [97] . Para todos los casos se utilizó una prensa DORST-450, caracterizada por realizar lo que se conoce como un prensado inferior. En este tipo de prensado los punzones inferiores se mantienen inmóviles y son los punzones superiores y la matriz los que descienden solidariamente, sin movimiento relativo entre ellos. El objetivo de este tipo de movimiento es que se mantengan la distribución del polvo conseguida en el paso de transporte de polvo [98] .

En la tabla 3.4 se muestra las fuerzas de prensado utilizadas para cada tipo de geometría y material.

Por su parte, la Tabla 3.5 recoge las densidades en verde obtenidas en cada caso. Dada la complejidad geométrica de los cubos su densidad se suele medir en las diferentes columnas de polvo creadas en el prensado⁴.

Tabla 3.5 Densidades de prensado para cada tipo de material

g/cm ³	Muestras T y B	Muestras P		
		Cubo	Radio	Dientes
AE	7.00	7.05	-	6.95
HP	6.95	6.98	7.05	6.98
CrM	6.96	7.00	6.95	6.89

Como puede observarse, existen pequeñas diferencias de densidad entre las distintas partes de una misma pieza, lo que podría significar también distinto comportamiento mecánico, dada la conocida relación entre densidad y resistencia mostrada por este tipo de materiales [99] [100] En cuanto a la dirección de prensado, ha sido, en todos los casos, la dirección perpendicular a la superficie de mayor dimensión.

Sinterizado a baja temperatura

En el caso de los materiales AE y HP, al seguir el proceso 2P2S, después del prensado pasan por un primer sinterizado de baja temperatura que se llevó a cabo en

⁴ En el caso del cubo fabricado con la materia prima AE sólo aparecen dos columnas de polvo, dado que en su fabricación sólo se utilizan dos punzones inferiores.



un horno abierto de atmósfera N₂/H₂. Las condiciones de este sinterizado para cada una de las materias primas se muestran en la Tabla 3.6.

Tabla 3.6 Condiciones de presinterizado

	T(°C)	Velocidad de banda (mm/min)	N2 (m3/min)	H2 (m3/min)
AE	820	190	32	3
HP	825	200	35	6

Reprensado o Calibrado

En las tablas 3.7 y 3.8 aparecen tanto las densidades obtenidas después del calibrado, como la fuerza ejercida para conseguir dichas densidades. Los cubos sincronizadores se calibraron en unas prensas especiales para este proceso, denominadas prensas FREY-750. Antes del calibrado, los cubos pasan por una zona de engrasado para evitar el gripaje del utillaje.

Tabla 3.7 Densidad de calibrado

g/cm ³	Muestras T y B	Muestras P		
		cubo	Radio	dientes
AE	7,10	7,25		7,10
HP	7,15	7,10	7,10	7,10

Tabla 3.8 Fuerza de calibrado (kN)

kN	Muestras T	Muestras B	Muestras P
AE	709	2127	1273
HP	714	2142	2370

Sinterizado

Los dos tipos de probetas se sinterizaron a la vez, en la misma placa.

Para tener en cuenta este factor, de ahora en adelante en todo el trabajo, se diferenciará entre la cara superior del horno, denominándola con el subíndice S, y la cara inferior del horno o cara de apoyo con la placa, con el subíndice I.

En este paso de proceso se usaron dos tipos de hornos diferentes, en función de la materia prima que se tratara: Para las materias primas con Ni, Cu y Mo, se empleó un horno abierto con atmósfera de endogás. Las condiciones usadas para el sinterizado de los dos tipos de polvos se muestran en la Tabla 3.9.

**Tabla 3.9** Condiciones de sinterizado proceso 2P2S

	Placa	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	%aire-gas natural
AE	Cerámica	1135	144	75/25
HP	Cerámica	1135	150	75/25

Los productos fabricados a partir de la materia prima con cromo y molibdeno, como ya se había explicado en el *Capítulo 2 Antecedentes*, debido a la gran afinidad del cromo por el oxígeno, se han sinterizado en hornos cerrados con atmósfera de N_2/H_2 .

En la Tabla 3. 10 se muestran las condiciones de sinterizado de esta materia prima.

Tabla 3. 10 Condiciones de sinterizado en el horno atmósfera H_2/N_2

	Placa	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	H_2/N_2 (%)
CrM	Grafito	1135	45	90/10

Revenido

Como se mostraba en la Fig. 3.3 tras el sinterizado, la mitad de las probetas acabaron su proceso de fabricación, y la otra mitad se sometió a un tratamiento térmico revenido.

Tabla 3.11 Condiciones de revenido

Material	T (°C)	t(min)
AE	180	45
HP	182	45
CrM	200	20

Las condiciones de dicho tratamiento para cada tipo de material se recogen en la Tabla 3.11. En todos los casos, el horno de revenido fue un horno abierto, sin atmósfera protectora.

3.1.4 Nomenclatura utilizada para las muestras

Dada la gran variedad de materiales, y geometrías de muestra utilizadas en este trabajo es conveniente el empleo de una nomenclatura general que tenga en cuenta tanto el tipo de materia prima de partida, como la geometría de la muestra y el proceso de fabricación al que han sido sometidas. Con todo esto, a partir de ahora se trabajará con la nomenclatura esquematizada en la figura 3.4.

Así por ejemplo, si hablamos de la muestra *HPBS* nos estamos refiriendo a la muestra fabricada a partir de polvos HP con forma de paralelepípedo y cuyo proceso de fabricación concluyó tras el sinterizado.

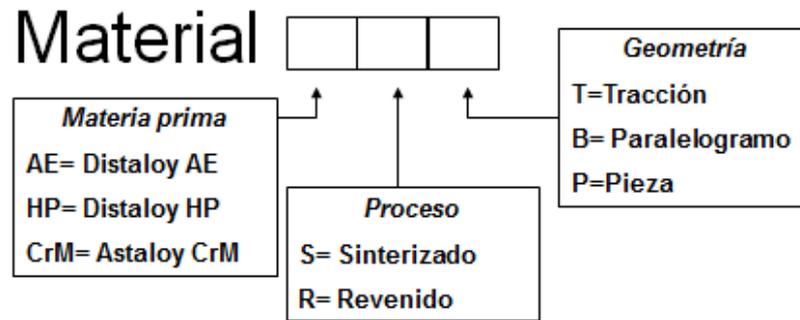


Fig. 3.4 Esquema de la nomenclatura utilizada para las muestras

3.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En esta segunda parte del capítulo, se explican los métodos experimentales llevados a cabo para la obtención de las distintas propiedades de los materiales utilizados.

3.2.1 Contenido en carbono

El análisis del contenido de carbono se realizó mediante espectrometría óptica de emisión utilizando un equipo LECO CS-300 y de acuerdo a la norma ISO 9556 [101].

El análisis se ha realizado tanto en la cara i de las muestras (cara en contacto con la placa durante el sinterizado) como en la cara s (cara superior) de cada una de las muestras. En todos los casos se hicieron dos mediciones por cada tipo de producto. Debido a la necesidad de obtención de 1g de viruta para que el análisis sea fiable, el análisis LECO se hizo en la superficie del cubo.

3.2.2 Porosidad y análisis metalográfico

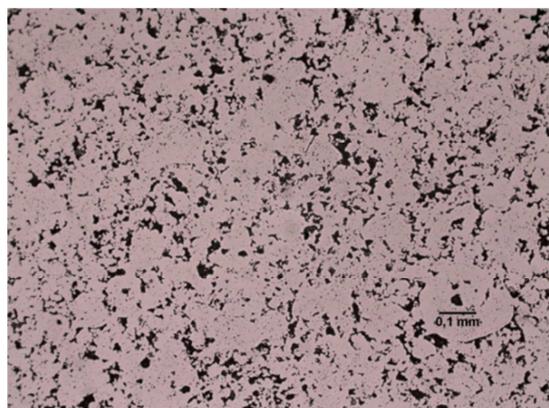
Las probetas para el estudio de la porosidad y la microestructura se obtuvieron en distintas direcciones y posiciones dependiendo del tipo de muestra analizada. Así, en el caso de las muestras tipo T, el análisis fue realizado sobre secciones transversales al eje longitudinal de la muestra. Por su parte, las muestras tipo B, mucho más masivas, fueron analizadas tanto en secciones transversales al eje más largo (eje longitudinal) como en secciones paralelas a dicho eje.

Las probetas, una vez cortadas y embutidas, se sometieron a un proceso de desbaste y pulido hasta conseguir una superficie especular. En estos productos este proceso es muy importante, ya que un mal pulido, puede llevar a esconder o agrandar posibles defectos que tenga el producto.

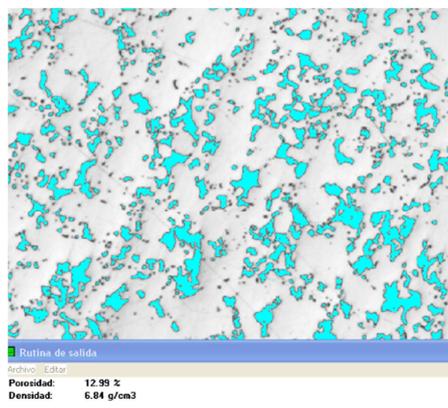
Concluido el proceso de pulido las probetas están listas para la medida de la porosidad. Estas medidas se realizaron utilizando un microscopio óptico modelo Nikon Epiphot 200, conectado a un analizador de imágenes provisto de un software



de tratamiento de imágenes Enterprise Omnimet, de Buehler. Dada la importancia que tiene la porosidad en las distintas propiedades mecánicas [102] [62], este análisis se realizó utilizando varias probetas de cada muestra y sobre la totalidad de la superficie de cada probeta.



a) Aspecto de la probeta pulida a 100x



b) Misma probeta que la imagen a) pero vista a través del software

Fig. 3.5 Ejemplo del análisis cuantitativo de los poros.

Para ello se utilizaron imágenes de la superficie de la probeta en estado de pulido, obtenidas a 100 aumentos y que presentan un aspecto similar al recogido en la Fig. 3.5a), en la que las zonas claras corresponden al material metálico y las zonas oscuras serían poros. Aunque parezca que identificar todas las zonas oscuras como poros no sería totalmente cierto, ya que es posible que un pequeño porcentaje de la misma se corresponda a algún óxido o suciedad, dado que todas las probetas pasaron por el mismo proceso de preparación, se supuso que la proporción de suciedad y óxidos era la misma en todos los ensayos y por lo tanto los resultados podrían ser comparados. El software empleado para el análisis de la porosidad permite medir automáticamente el porcentaje que constituye la zona porosa (azul después de tratada) y el porcentaje que constituye la zona más clara de la imagen obtenida (blanca). La Fig. 3.5 b) recoge el aspecto de una muestra del material en el que las zonas azules (poros) representan aproximadamente un 13% y las zonas grises (material metálico) el 87% restante.

Además del estudio cuantitativo de la porosidad, directamente ligado a la densidad [28], en este trabajo también se valoraron aspectos como la forma de los poros o el tipo de porosidad, distinguiendo entre la porosidad secundaria constituida por los poros de menor tamaño y la porosidad primaria formada por los poros más grandes, que normalmente quedan entre las partículas de polvo y que en general son los responsables de la formación de grietas.

La porosidad media del material, en una determinada zona, se ha obtenido como media del análisis de 4 imágenes como la representada en la Fig. 3.5, tomadas en dicha zona y sin tener en cuenta la porosidad secundaria. No obstante, y al objeto de



analizar la posible variación de la porosidad en función de la zona de medida, se llevó a cabo su medida a lo largo del espesor de cada una de las muestras utilizadas, desde la cara de la muestra que estuvo en contacto con la bandeja del horno durante el sinterizado (i) a la cara superior (s) pasando por las zonas intermedias (m). Este procedimiento se llevó a cabo con todos los materiales.

Por su parte, el análisis metalográfico de los diferentes materiales se realizó sobre las mismas probetas utilizadas en la medida de porosidad una vez convenientemente atacadas con el reactivo oportuno. El reactivo utilizado y el tiempo adecuado dependen fundamentalmente del tipo de material a analizar.

Para el caso de los materiales utilizados en este trabajo, los reactivos utilizados fueron una mezcla de Nital-Picral (200ml de alcohol etílico + 4g de ácido pícrico +1ml HNO₃) para los materiales obtenidos a partir de los polvos AE y HP y Nital al 2% para el caso del CrM. Las probetas ya atacadas se analizaron mediante microscopía óptica utilizando un microscopio Olympus BX40. Como en el caso de la porosidad, el análisis microestructural se realizó tomando imágenes de varias secciones de cada tipo de muestra y en cada sección en las diferentes zonas representativas (cara i, m y s).

3.2.3 Densidad

Aunque la porosidad y la densidad muestran una relación de proporcionalidad [103] suele ser esta última propiedad la que se mide en la fabricación en serie por la mayor simplicidad del método de medida. En este trabajo las densidades de todos los productos fueron obtenidas siguiendo la norma UNE-EN ISO 2738:2000 [104]. El valor obtenido será la media de al menos 5 análisis.

3.2.4 Dureza

Los ensayos de dureza realizados fueron ensayos Brinell siguiendo las recomendaciones de la norma UNE-EN ISO 6506-1:2000 [105]

Todos los ensayos de dureza se realizaron con un durómetro Wolper Testor, modelo 930/250, utilizando una bola de 2.5 mm de diámetro y 187.5 kg de carga.

De cada producto se realizaron 5 medidas, tanto en las caras s como las i. En el caso de los cubos sincronizadores las medidas de dureza se realizan en la zona del cubo.

3.2.5 Caracterización mecánica a tracción

La caracterización mecánica a tracción se realizó utilizando tanto las muestras tipo T (especialmente fabricadas para este propósito) como otras probetas, de menor tamaño, que fueron extraídas de las muestras tipo B, tal como se esquematiza en la



figura 3.6.a) y que designaremos como BT. En la figura 3.6.b) se muestra la geometría general de dichas probetas, cuyo espesor medio fue de aproximadamente 0.5mm.

Como se verá más adelante, la localización de estas probetas respecto al eje de prensado de la muestra B (eje Z en figura 3.6.a) se hizo coincidir con la de ciertas probetas SPT cuyo espesor era en la dirección Z y que también se esquematizan en la figura 3.8.a). El propósito de que las localizaciones de ambos tipos de probeta coincidiera era poder comparar su comportamiento mecánico, eliminando en la mayor medida posible todas las variables que pudieran influir en el mismo, como por ejemplo las posibles variaciones de microestructura o de porosidad que se pudieran encontrar cuando se comparan dos muestras distintas o incluso dos zonas de la misma muestra [99]. Estas probetas se extrajeron de tres zonas respecto al espesor: una zona próxima a la cara de la muestra que había estado en contacto con la placa durante la fabricación (zona i), la zona media respecto al espesor (zona m) y la zona superior (zona s).

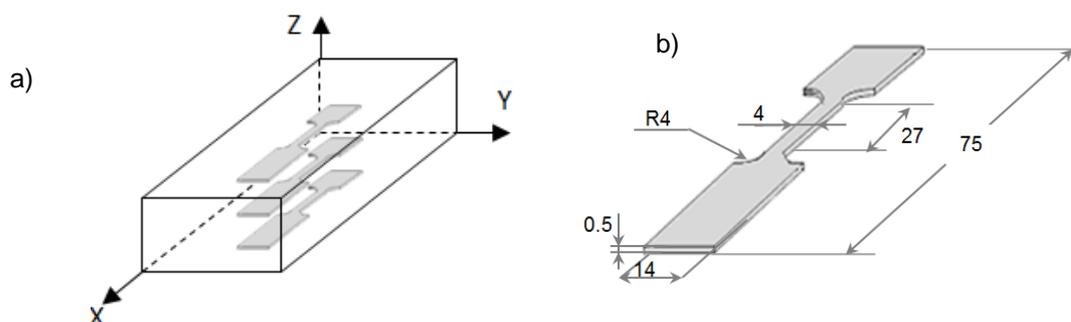


Fig. 3.6 Probetas de tracción obtenidas de las muestras B: a) dirección y zona de extracción, b) geometría general (dimensiones en mm)

Los ensayos de tracción se realizaron a temperatura ambiente y siguiendo las recomendaciones de la norma UNE-EN 10002-1 [106]. Las probetas tipo T, de mayor sección, fueron ensayadas en una máquina MTS de 100kN de capacidad de carga, mientras que para las probetas extraídas de la muestra tipo B (probetas de tracción miniatura, Fig. 3.6.b) se utilizó una máquina INSTRON de 5 KN de capacidad de carga. Para la medida de la deformación se utilizó un extensómetro MTS de 20 mm de longitud inicial. Además, y al objeto tanto de comparar resultados como de obtener parámetros tan importantes en este tipo de materiales como el coeficiente de Poisson (ν), en algunos casos se empleó además un equipo de videocorrelación de imágenes Aramis. La utilización de esta técnica requiere la preparación previa de la superficie de las probetas, que deben ser tintadas con un spray especial, de modo que sobre un fondo totalmente blanco se adviertan multitud de pequeños puntos oscuros cuyo desplazamiento será seguido por las cámaras que componen el equipo. El análisis de dichos desplazamientos, permite al equipo obtener, la deformación instantánea en cualquier dirección [107].



A partir de las curvas de tracción obtenidas se calcularon los parámetros característicos: módulo elástico, E , límite elástico, σ_{ys} , resistencia a la tracción, σ_R , y alargamiento a rotura, A . Además, en aquellos ensayos en los que se utilizó el equipo Aramis también se obtuvo el coeficiente de Poisson, ν . De cada tipo de geometría de probeta se realizaron al menos 3 ensayos.

3.2.6 Ensayo miniatura de punzonado o ensayo SPT

Para la realización de los ensayos miniatura de punzonado se utilizó un dispositivo de ensayo diseñado y fabricado en la Escuela Politécnica de Ingeniería de Gijón [108] y adaptado a una máquina universal de ensayos INSTRON con una célula de carga de 5 KN. El dispositivo de ensayo consta de dos matrices: una fija, situada en la parte inferior, donde se coloca la probeta empotrada en todo su contorno, y una matriz superior móvil, mediante la cual se aplica la carga a la probeta a través de un punzón de forma semiesférica de 2.4 mm de diámetro. El punzón obliga a la probeta a desplazarse a través de un hueco de 4 mm de diámetro. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y con una velocidad de 0.2 mm/min en todos los casos. La medida del desplazamiento del punzón se realiza con la ayuda de un extensómetro tipo COD que mide el desplazamiento relativo entre la matriz superior e inferior. La Fig. 3.7 muestra un esquema del dispositivo de ensayo utilizado.

Todas las probetas SPT, de sección cuadrada de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ y 0.5 mm de espesor, se obtuvieron de las muestras tipo B por la técnica de corte por hilo [109]. De cara a estudiar la posible influencia de la dirección de extracción de las probetas en su comportamiento mecánico [110] se obtuvieron probetas en tres direcciones perpendiculares. La designación utilizada para diferenciar cada tipo de probeta coincide con la dirección del espesor de las mismas. Así, como puede observarse en la figura 3.8, las probetas Y son aquellas con espesor en la dirección Y, las X con espesor en la dirección X y las Z con espesor en la dirección de prensado, Z. Además y como ya comentamos en el apartado anterior, las probetas tipo Z se extrajeron en diferentes zonas respecto al espesor de la muestra (zonas i, m y s) al objeto de comparar sus resultados con los de las probetas de tracción extraídas en las mismas posiciones y evaluar asimismo la influencia de posibles variaciones de la porosidad. Con cada tipo de probeta se realizó un mínimo de 3 ensayos. La figura 3.8 recoge un croquis con la posición y designación de cada tipo de probeta, así como la geometría de las mismas.

Dada la gran importancia del espesor de las probetas en los resultados obtenidos con estos ensayos la medida del mismo se debe realizar con una gran precisión. Para ello se utilizó un micrómetro, con el que se mide el espesor en 5 puntos repartidos por la zona de la probeta sobre la que actuará el punzón, utilizando la media de dichos valores como espesor válido.

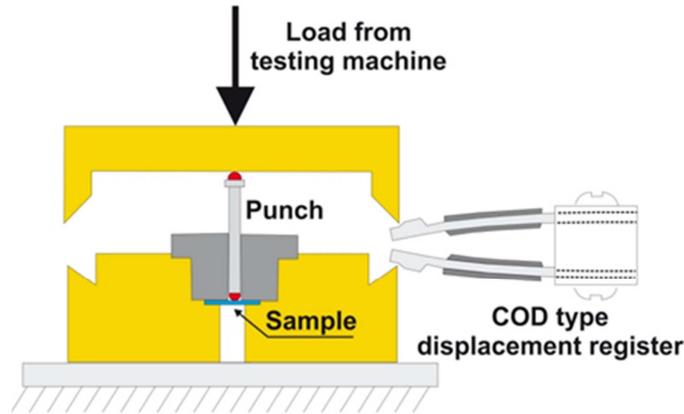


Fig. 3.7 Esquema del dispositivo SPT utilizado

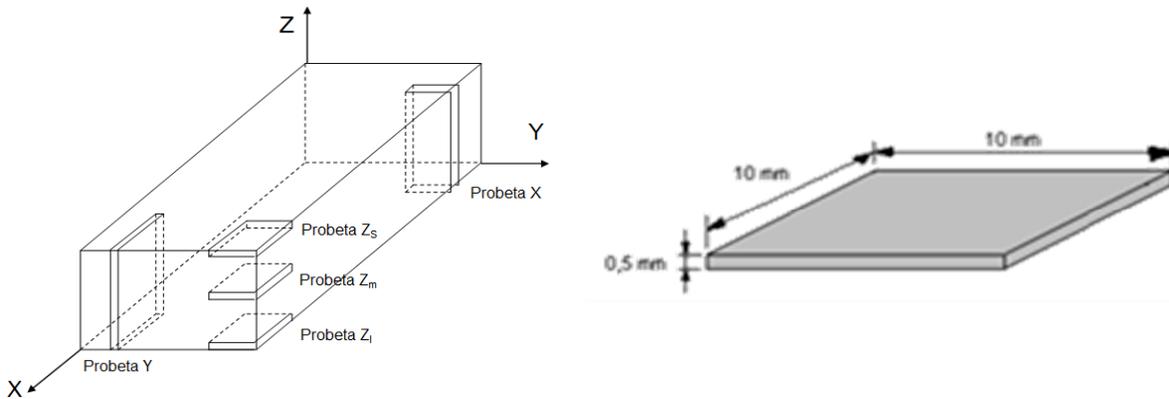


Fig. 3.8 Zonas de extracción, nomenclatura y geometría general de las probetas utilizadas en el ensayo SPT

A partir de estos ensayos se obtuvieron las curvas carga-desplazamiento del punzón características de cada tipo de material, cuyo análisis abordaremos en el *Capítulo 5 Aplicación del Small Punch Test a productos sinterizados*. En ese mismo capítulo, y en función del tipo de curva obtenida, se definirán los parámetros característicos y se evaluará su relación con las propiedades mecánicas a tracción.



**4. PROPIEDADES CONVENCIONALES Y
CARACTERIZACIÓN MECÁNICA A TRACCIÓN:
INFLUENCIA DE LA POROSIDAD Y LA
MICROESTRUCTURA**





CAPÍTULO 4

PROPIEDADES CONVENCIONALES Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA A TRACCIÓN: INFLUENCIA DE LA POROSIDAD Y LA MICROESTRUCTURA

A lo largo de este capítulo y de los siguientes se expondrán y discutirán los diferentes resultados obtenidos al aplicar los métodos experimentales descritos en el capítulo anterior, *Capítulo 3 Materiales y métodos empleados*.

Este capítulo se divide en tres bloques, en uno primero se comentan los resultados obtenidos de los ensayos convencionales de las muestras B y de las muestras T ya que los resultados de las muestras P se expondrán en un capítulo exclusivo para ellas. En el segundo bloque se exponen los resultados obtenidos de los ensayos a tracción y en la parte final del capítulo se analizan los resultados obtenidos de tracción en función de los primeros



4.1 PROPIEDADES CONVENCIONALES

A continuación se discutirán los resultados obtenidos de los ensayos realizados para caracterizar las muestras B y muestras T de acuerdo a las propiedades convencionales usadas para la caracterización de los materiales sinterizados.

4.1.1 Contenido de carbono

La tabla 4.1 refleja el contenido de carbono de cada uno de los materiales medido al final del proceso de fabricación y entre paréntesis se muestra la diferencia entre el contenido de carbono final y el contenido de carbono de partida.

Tabla 4.1 Resultados de % de carbono de los diferentes productos al final del proceso de fabricación.

%C	Muestras T		Muestras B	
	S	I	S	I
AES	0.61 (+0,11)	0.62 (+0,12)	0.53 (+0,03)	0.62 (+0,12)
AER	0.61 (+0,11)	0.59 (+0,09)	0.52 (+0,02)	0.62 (+0,12)
HPS	0.44 (-0,16)	0.45 (-0,15)	0.55 (-0,05)	0.54 (-0,06)
HPR	0.42 (-0,18)	0.39 (-0,21)	0.55 (-0,05)	0.39 (-0,21)
CrMS	0.45 (0,00)	0.48 (+0,03)	0.43 (-0,02)	0.51 (+0,06)
CrMR	0.47 (+0,02)	0.43 (-0,02)	0.44 (-0,01)	0.54 (+0,09)

En líneas generales, los materiales tanto sinterizados como revenidos muestran un comportamiento similar.

Si se analiza el porcentaje de ganancia o pérdida de carbono (dato entre paréntesis de la Tabla 4.1) a lo largo del proceso de fabricación se deduce que los productos obtenidos del material AE se han carburado en el proceso de sinterizado, lo cual es lógico, ya que como se explicó en el *Capítulo 3 Materiales y procedimiento experimental*, se han sinterizado en horno de endogás.

Por su parte, los productos obtenidos a partir de la materia prima HP se han descarburado, a pesar de que, al igual que el material AE, se han sinterizado en un horno de atmósfera rica en carbono. Esta descarburación es más acentuada en la cara i (cara en contacto con la placa durante el sinterizado). El motivo de esta descarburación en la cara en contacto con la placa puede ser el hecho que la placa tuviera pocos ciclos de sinterizado, lo que unido a que la superficie de apoyo de las muestras B es muy grande, puede conducir a que parte del carbono de la muestra haya sido cedido a la placa cerámica [111].

En cuanto a los productos fabricados con la materia prima CrM, puede observarse que no sufren variaciones significativas de porcentaje de carbono. Esto se debe al tipo de atmósfera empleada en los hornos de sinterizado de estos materiales, N₂/H₂,



que no aportan ni sacan el carbono durante la sinterización. El poco carbono que en algunos casos se ha incorporado en el horno procede de las placas de carbono sobre las que se apoyan las piezas durante el sinterizado.

4.1.2 Densidad

La Tabla 4.2 recoge la densidad de todas las muestras obtenida tras el proceso de sinterizado. Como puede observarse, la densidad de las muestras T es, en todos los casos, menor que la densidad de las muestras B.

Tabla 4.2 Densidad de sinterizado

g/cm ³	Sinterizado	
	Muestras T	Muestras B
AES	6.71	7.03
AER	6.95	7.09
HPS	6.92	7.13
HPR	6.70	7.00
CrMS	6.72	6.95
CrMR	6.72	7.00

Cabe señalar en este punto la diferencia existente entre estos valores y los que habían sido obtenidos tras el proceso de prensado (tabla 3.5), donde todas las muestras presentaban la misma densidad. Aunque intuitivamente parece que el factor principal que define la densidad final del producto es la fuerza aplicada durante el prensado, en la actualidad, son muchos los estudios que se están llevando a cabo, para conseguir productos finales con alta densidad por medio de sinterizados a altas temperaturas [112] [113] [114]. Así, a día de hoy, el sinterizado a alta temperatura es una de las soluciones que aportan los proveedores del automóvil a los grandes constructores que demandan productos con un buen comportamiento mecánico pero con menor peso [115].

El hecho de que la densidad esté influenciada tanto por el proceso de prensado como por el sinterizado, explica el hecho de que las muestras CrM sean, en todos los casos, las menos densas. Por una parte, este material es el menos compresible de los tres [116] [117] y por otra es el único que no contiene níquel. El níquel es el aleante que promueve mayores cambios dimensionales durante el sinterizado y favorece la consecución de densidades más elevadas [118] [119].

4.1.3 Porosidad

En la Tabla 4.3 se muestran los valores medios y desviaciones estándar de porosidad obtenida tras los análisis cuantitativos en secciones transversales de las muestras. Como puede observarse, la porosidad de las muestras T es unos 4 o 5



puntos superior a la de las muestras B, lo que corrobora los resultados de densidad tras el sinterizado (tabla 4.2) comentados en el apartado anterior.

Por su parte también se observa que la distribución de poros no es homogénea en la dirección del espesor, mostrando una mayor porosidad en la zona media (m), sobre todo en el caso de las muestras B. La figura 4.1 recoge el aspecto de la distribución de poros a través del montaje de varias fotografías obtenidas en diferentes niveles en dirección del espesor (dirección z) del material HPR. En la figura 4.1 se aprecia la mayor concentración de poros en la zona central (mitad del espesor, Zona m).

Tabla 4.3 Porosidad de las muestras T y muestras B

%	Muestras T			Muestras B		
	s	m	i	s	m	i
AES	13.57 ± 0.77	15.77 ± 0.31	14.45 ± 0.69	8.74 ± 1.24	11.58 ± 1.40	10.06 ± 2.31
AER	11.14 ± 0.41	11.99 ± 1.16	11.46 ± 0.59	11.40 ± 0.50	13.48 ± 1.82	11.55 ± 1.54
HPS	16.83 ± 0.85	16.00 ± 0.73	14.43 ± 0.92	9.50 ± 0.70	11.85 ± 1.16	9.70 ± 0.76
HPR	14.31 ± 1.56	16.08 ± 2.20	13.43 ± 0.51	10.92 ± 0.70	12.03 ± 1.70	11.00 ± 1.10
CrMS	14.69 ± 0.51	14.99 ± 0.40	14.00 ± 0.76	9.12 ± 1.19	10.36 ± 1.40	10.02 ± 1.70
CrMR	13.68 ± 1.02	14.32 ± 0.84	16.58 ± 2.02	9.78 ± 0.98	11.20 ± 1.18	10.25 ± 0.87

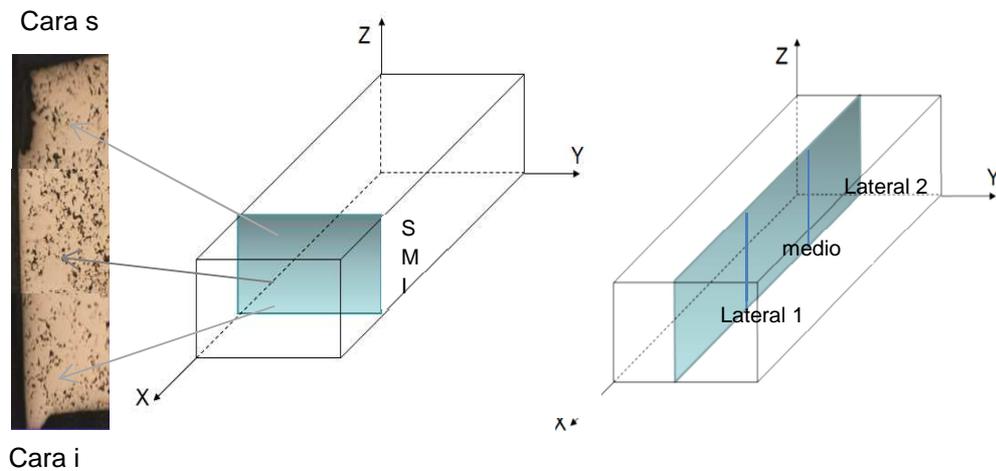


Fig. 4.1 Distribución de poros en sección transversal del material HPR.

A la vista de estos resultados también se analizó la distribución de la porosidad en dirección longitudinal de las muestras B. Las medidas se realizaron en distintas secciones transversales (ver Fig. 4.1) y en las tres posiciones respecto al espesor señaladas anteriormente (s, m, i). Los resultados de estos análisis se recogen en la

Tabla 4.4.

Estos resultados confirman que sea cual sea la zona evaluada (laterales o centro), la porosidad en mitad del espesor (m) es mayor en todos los casos. Además el valor de



porosidad en esa zona no parece variar mucho de los laterales al centro. Esto no ocurre con las posiciones superior (s) e inferior (i) que muestran una mayor porosidad en las zonas laterales que en el centro de las muestras.

Tabla 4.4 Porosidad de las muestras B en la longitud.

%		Lateral 1	Centro	Lateral 2
AES	s	8.83 ± 0.74	7.91 ± 1.01	8.91 ± 1.14
	m	11.46 ± 0.79	11.30 ± 1.39	11.52 ± 1.13
	i	10.26 ± 1.05	8.65 ± 1.18	9.96 ± 1.18
AER	s	11.40 ± 0.50	9.40 ± 1.16	11.07 ± 1.07
	m	13.48 ± 0.82	12.99 ± 1.10	13.21 ± 1.10
	i	11.55 ± 1.03	9.20 ± 1.23	11.30 ± 1.09
HPS	s	10.06 ± 1.02	7.64 ± 1.16	9.70 ± 0.76
	m	11.85 ± 1.08	11.40 ± 1.16	11.60 ± 1.11
	i	9.70 ± 0.92	7.88 ± 1.05	9.83 ± 1.19
HPR	s	10.92 ± 0.87	9.80 ± 1.28	9.87 ± 1.09
	m	11.98 ± 0.79	11.78 ± 1.12	11.86 ± 1.31
	i	10.81 ± 0.99	8.22 ± 1.17	10.56 ± 1.07
CrMS	s	9.08 ± 0.86	6.91 ± 1.16	9.11 ± 1.11
	m	10.26 ± 0.83	10.25 ± 1.13	10.32 ± 1.07
	i	10.11 ± 0.92	7.69 ± 1.17	10.01 ± 1.23
CrMR	S	9.78 ± 0.98	7.43 ± 1.19	9.67 ± 1.12
	M	11.20 ± 1.18	11.22 ± 1.13	10.99 ± 1.18
	I	10.25 ± 0.87	7.79 ± 1.14	10.26 ± 1.12

Una vez realizado el análisis cuantitativo de la porosidad, a continuación se muestran imágenes representativas de distintas secciones de los materiales donde es posible valorar la morfología y la distribución de los poros. Las figuras 4.2, 4.3 y 4.4 recogen imágenes de porosidad de los diferentes productos obtenidos a partir de las materias primas AE, HP y CrM respectivamente.

Como se aprecia en la figura 4.2 que muestra la porosidad de las diferentes muestras de los productos procedentes de la materia prima AE, no se advierten diferencias en cuanto a la forma de los poros entre unas muestras y otras. Se trata de poros muy cerrados y redondeados, abundando la porosidad secundaria. El hecho de que no se aprecien diferencias en la forma de los poros dentro de una misma materia prima, puede explicarse debido a que se ha utilizado en todos los casos la misma temperatura de sinterizado [120].

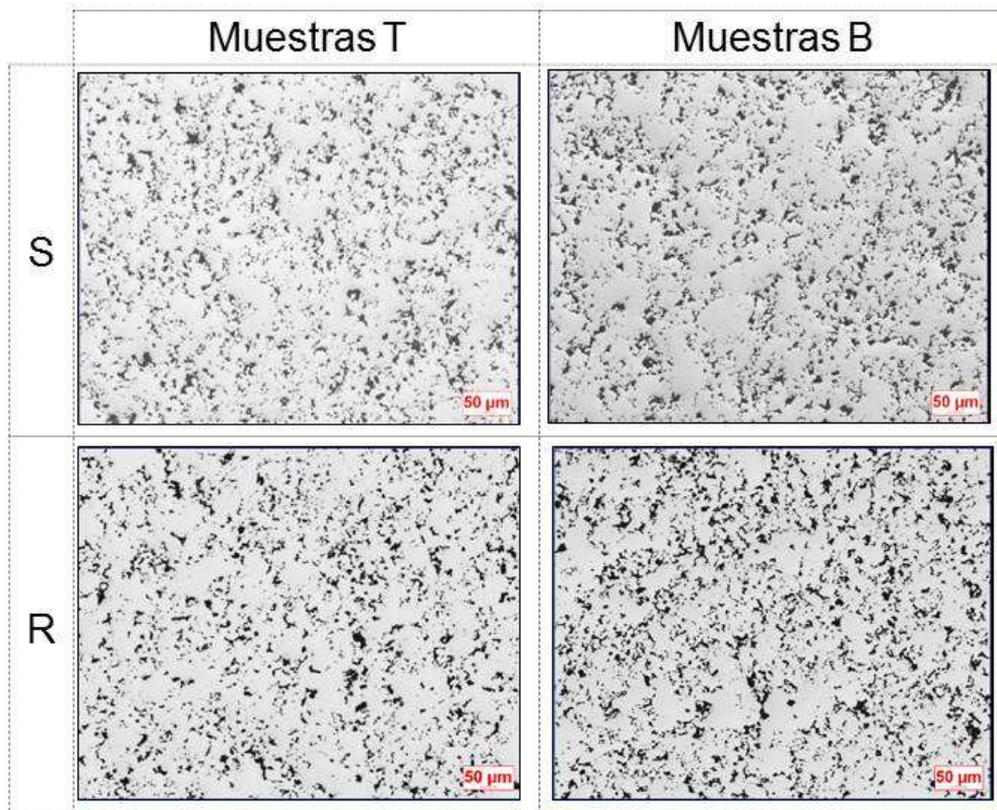


Fig. 4.2 Aspecto de la distribución y morfología de poros de las muestras del material AE

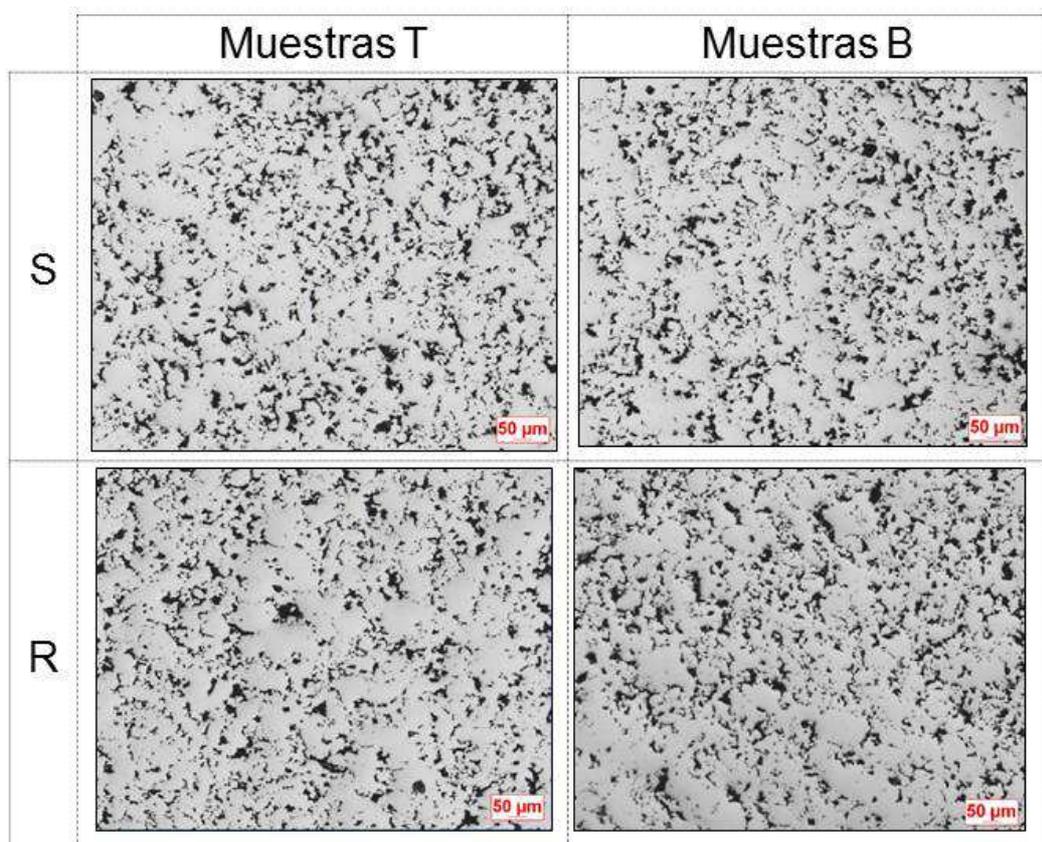


Fig. 4.3 Aspecto de la distribución y morfología de poros de las muestras del material HP



En cuanto a las muestras procedentes del polvo HP (figura 4.3

Fig. 4.3), se aprecia como en este caso tampoco existen diferencias significativas en cuanto a la forma y distribución de los poros entre las diferentes muestras. No obstante, los poros no son tan cerrados como en el caso anterior y su tamaño es ligeramente mayor. El hecho de que la materia prima HP posea una menor compresibilidad [121] que la AE así como un mayor contenido en cobre (material que funde durante el sinterizado dejando huecos durante su posterior solidificación) explicaría el mayor tamaño y la forma más alargada de sus poros.

En el caso del material CrM, de nuevo son inapreciables las diferencias en cuanto a forma y tamaño de los poros de unas muestras a otras (figura 4.4). Existe una gran cantidad de porosidad secundaria y el tamaño y forma de los poros es menos redondeado que en el caso del AE (

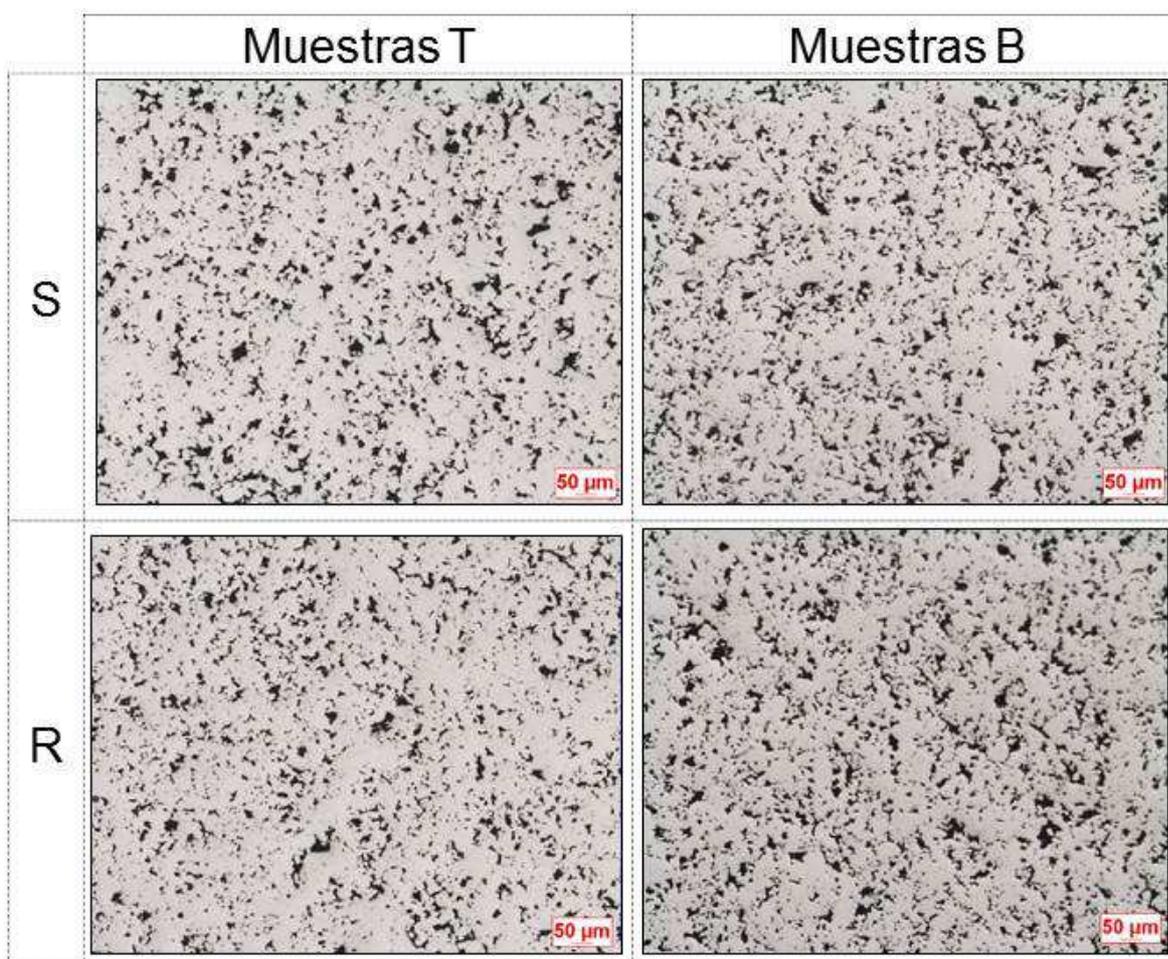




Fig. 4.2) pero no tan grande como en las muestras HP (

Fig. 4.3).

Fig.4.4 Aspecto de la distribución y morfología de poros de las muestras del material CrM:

Existen estudios que indican que un mayor contenido en carbono [122] parece favorecer la presencia de poros de mayor tamaño. El hecho de que el material HP posea un mayor porcentaje en carbono que el resto (ver tabla 4.1Tabla 4.1) explicaría el mayor tamaño de sus poros.

Tras el análisis morfológico, una apreciación interesante que ya había sido constatada por otros investigadores es que los poros más grandes son también más irregulares [123] [124].

4.1.4 Microestructura

De igual o mayor importancia que el análisis de la distribución de poros para las propiedades mecánicas de los materiales sinterizados [123], es el análisis de la distribución de fases presentes en los productos finales. La composición química de la aleación y la velocidad de enfriamiento son los principales factores que afectan a la distribución y formación de fases. [125].

A continuación se muestran las microestructuras tanto de las muestras T como de las muestras B, de cada uno de los productos. Se incluyen micrografías en las diferentes posiciones respecto al espesor de la muestra, s, m, i de cara evaluar la posible influencia de la velocidad de enfriamiento.



La Fig. 4.5 recoge imágenes de la microestructura representativa de las muestras T y B procedentes del *material AE sinterizado* obtenidas en distintas posiciones respecto al espesor de las muestras. A la vista de las imágenes, en primer lugar cabe destacar la heterogénea microestructura de estos productos, lo que se debe al hecho de que el polvo de partida contenga a sus aleantes en forma predifundida [126].

La microestructura está compuesta por una matriz bainítico-martensítica (fase naranja claro), con austenita retenida presente posiblemente en las zonas más enriquecidas en níquel alrededor de los poros. Además se aprecian islas de perlita fina (fase naranja oscura-marrón) rodeadas por ferrita (fase blanca-grisácea).

El sinterizado de estos productos se caracteriza por dos fenómenos: el primero es la lenta difusión del níquel [127] [128] y el segundo, la rápida redistribución del Cu líquido (funde a 1083°C) alrededor de las partículas. Esto hace que las zonas que rodean los poros (zonas entre partículas) estén enriquecidas en Ni y Cu, lo que promueve la formación de austenita retenida. Por otro lado, en los núcleos de las partículas originales del polvo, ricos en Fe, se transforman en ferrita, perlita, bainita y martensita en proporciones variables en función de la velocidad de enfriamiento.

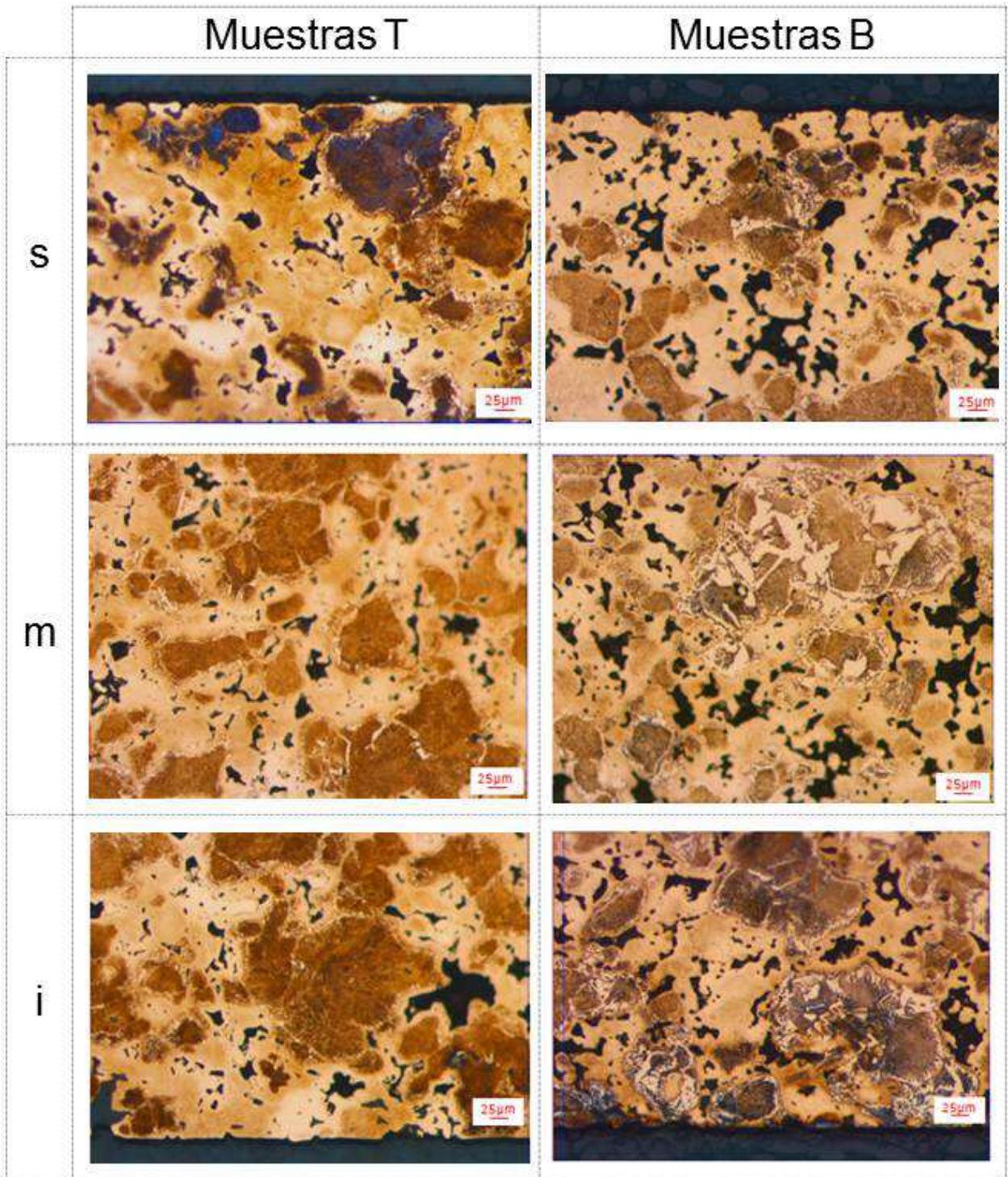


Fig. 4.5 Microestructuras de las muestras de material AES

Obviamente, el porcentaje en el que se presentan las distintas fases dependerá de la velocidad de enfriamiento tras el sinterizado. La figura 4.6 muestra las curvas de transformación de la austenita en enfriamientos continuos (CCT) para el material AE. De este modo se pueden explicar las diferencias microestructurales existentes entre las muestras T y las muestras B, sobre todo en la zona correspondiente a la mitad del



espesor (m) y en la zona inferior (i), donde la velocidad de enfriamiento es menor. Las muestras T, de menor volumen y espesor, enfriarán más rápidamente que las muestras B, y por esta razón muestran un porcentaje en ferrita mucho menor. Los porcentajes medios en ferrita de ambos tipos de muestra [130] fueron de aproximadamente el 2.5% en las muestras T y de entre un 5 y un 10% en las muestras B. En función de estos valores y utilizando la información recogida en la figura 4.6, la velocidad media de enfriamiento de las muestras T sería de unos 5°C/s mientras que las muestras B enfriarían a una velocidad de 1°C/s.

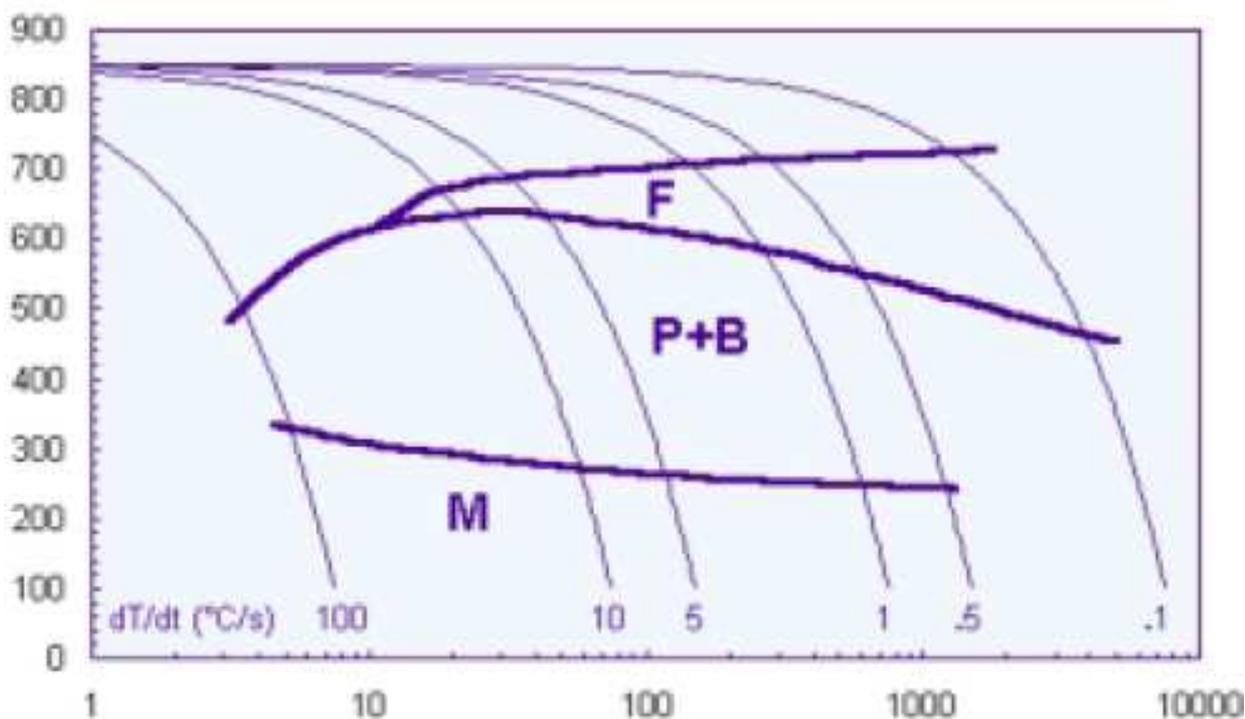


Fig. 4.6 Curvas CCT del material AE [130]

La figura 4.7 recoge imágenes de la microestructura representativa de las muestras T y B procedentes del material AER obtenidas en distintas posiciones respecto al espesor de las muestras. Las microestructuras obtenidas han sido muy similares a las comentadas del material anterior. De nuevo se observa una mayor cantidad de ferrita en las probetas B y especialmente en su zona media. En base a estas imágenes, el proceso de revenido no parece alterar apreciablemente la microestructura de este tipo de material (la temperatura de revenido ha sido muy baja, 180°C).

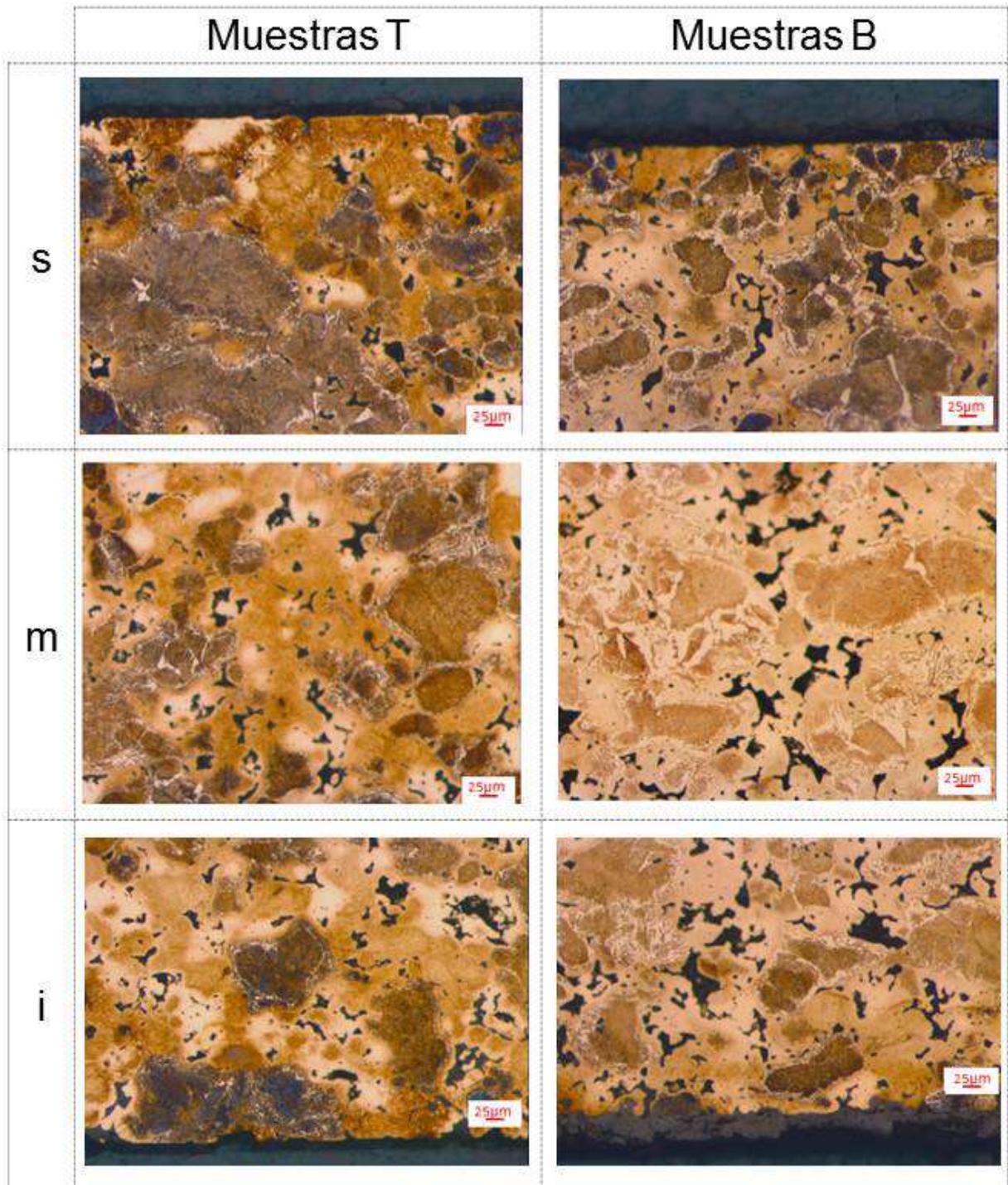


Fig. 4.7 Microestructuras de las muestras de material AER

Pasando ahora al material HP, la figura 4.8 recoge imágenes de la microestructura representativa de las muestras T y B procedentes del *material HP sinterizado* obtenidas en distintas posiciones respecto al espesor de las muestras.

La principal diferencia de este polvo con respecto al anterior es que el molibdeno se encuentra prealeado en vez de predifundido, lo que revierte en que la microestructura sea más homogénea que la presentada en los productos fabricados con AE.



Se trata en general de una microestructura mayoritaria de martensita con agujas de bainita e islotes de austenita retenida (cerca de los poros por la misma razón que se explicó para el material AE). En este caso no se aprecia la existencia de ferrita y perlita.

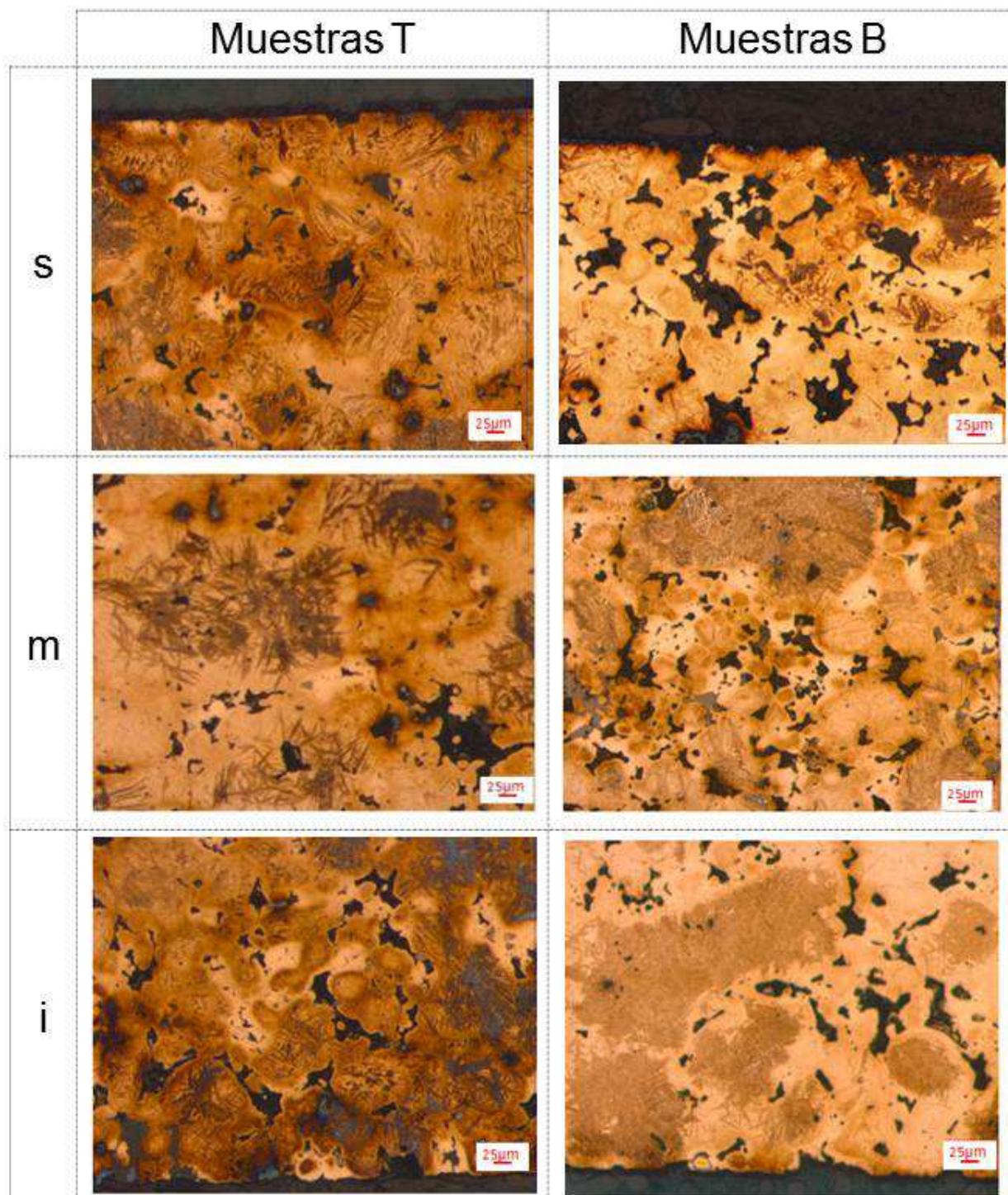


Fig. 4.8 Microestructuras de las muestras de material HPS

Por su parte, las diferencias microestructurales entre un tipo de muestra y otro, volverían a estar basadas en las diferentes velocidades de enfriamiento sufridas en



un caso y en otro. En la figura 4.9 se muestran las curvas CCT de un material semejante al analizado, como puede observarse con los medios de los que se ha dispuesto resulta complicado vislumbrar la diferencia de una probeta y otra basándonos únicamente en el análisis visual de las imágenes, ya que para dilucidar la diferencia entre unas microestructuras y otras, de alguna manera habría que calcular el porcentaje de bainita. Suponiendo unas velocidades de enfriamiento como las determinadas en el material anterior, 5°C/s y 1°C/s, la microestructura sería una mezcla de bainita y martensita. Además, el contenido de bainita en las muestras B debería ser mayor.

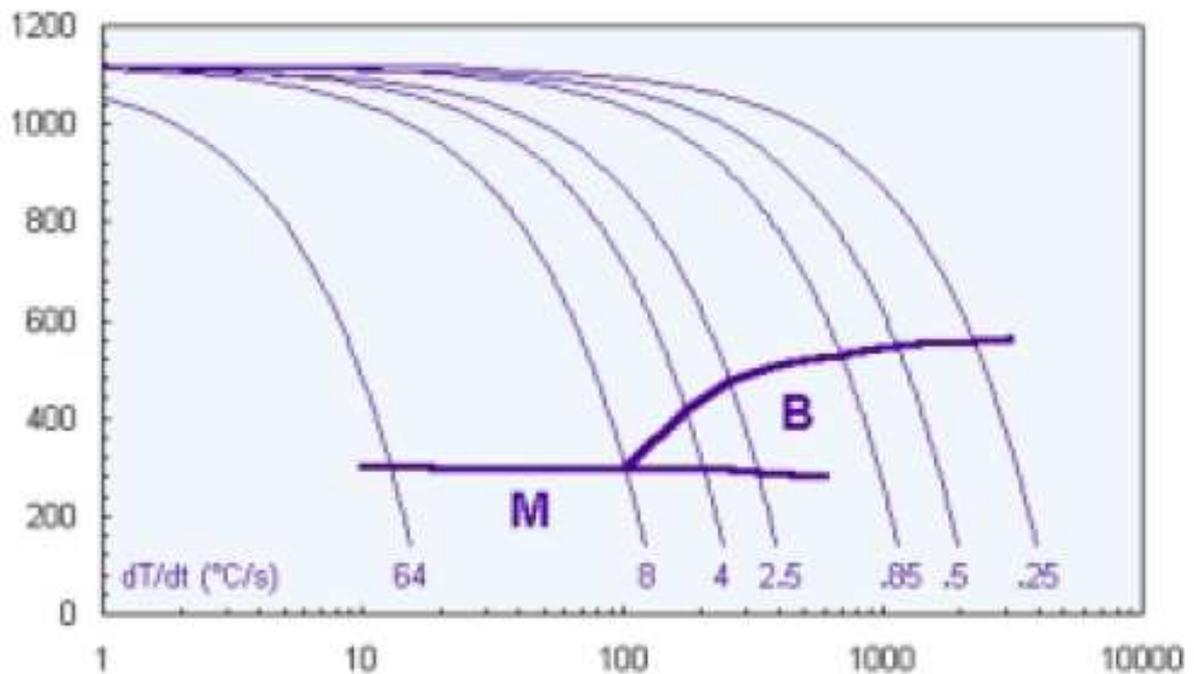


Fig. 4.9 Curvas CCT del material HP+0.5%C

La figura 4.10 recoge imágenes de la microestructura representativa de las muestras T y B procedentes del *material HPR* obtenidas en distintas posiciones respecto al espesor de las muestras. Las diferencias entre las muestras T y B volverían a ser las mismas que en las muestras sin revenir.

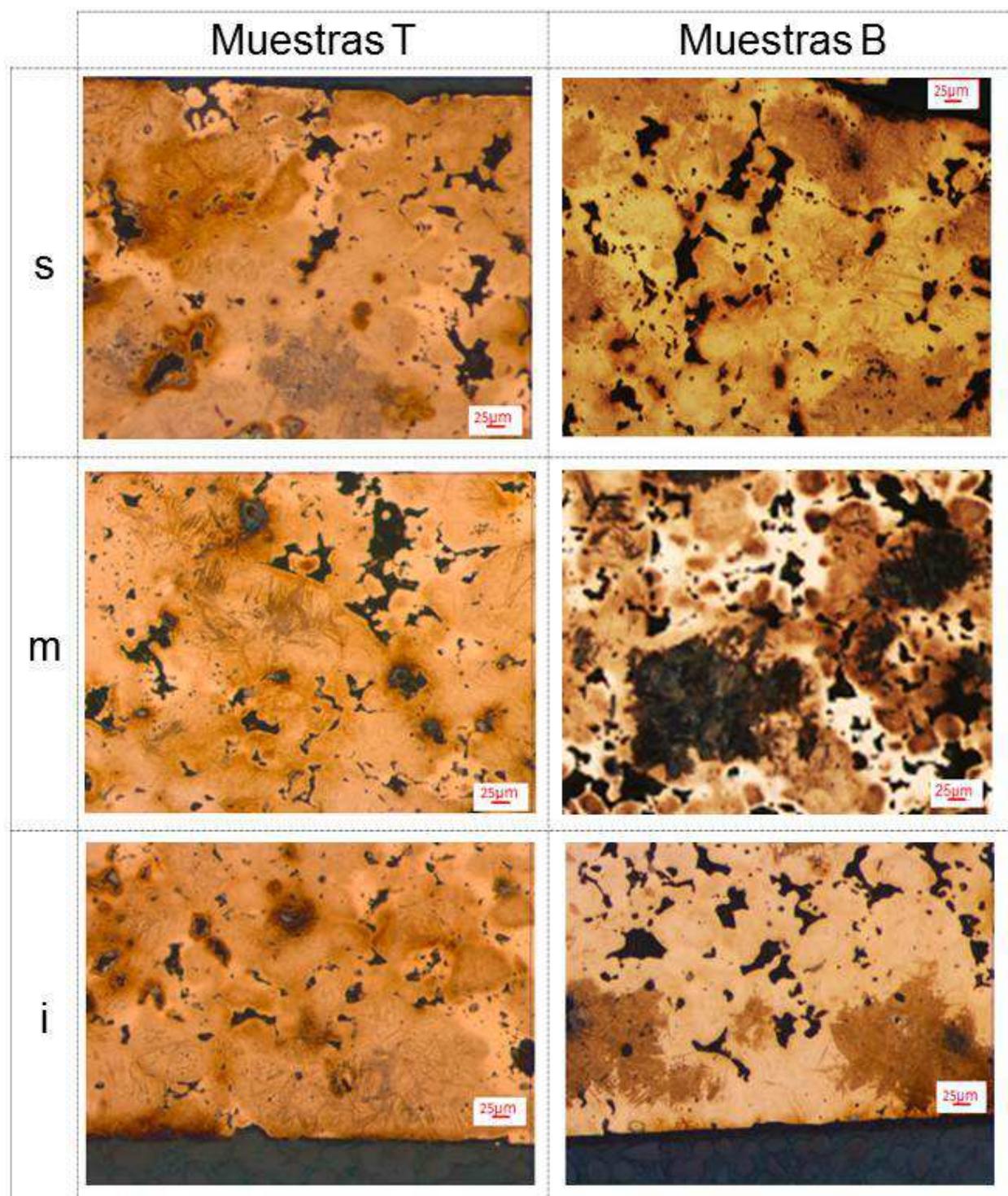


Fig. 4.10 Microestructuras de las muestras de material HPR

Pasando ahora a los productos derivados del polvo CrM, la figura 4.11 recoge imágenes de la microestructura representativa de las muestras T y B procedentes del material CrMS obtenidas en distintas posiciones respecto al espesor de las muestras.



Este polvo, en el que tanto el molibdeno como el cromo están prealeados, se caracteriza por una microestructura homogénea, constituida por una matriz bainítico-martensítica, con predominancia de la fase martensítica. El alto contenido de Cr favorece la formación de bainita superior lo cual provoca un incremento en las propiedades a tracción en comparación con la estructura perlítica.

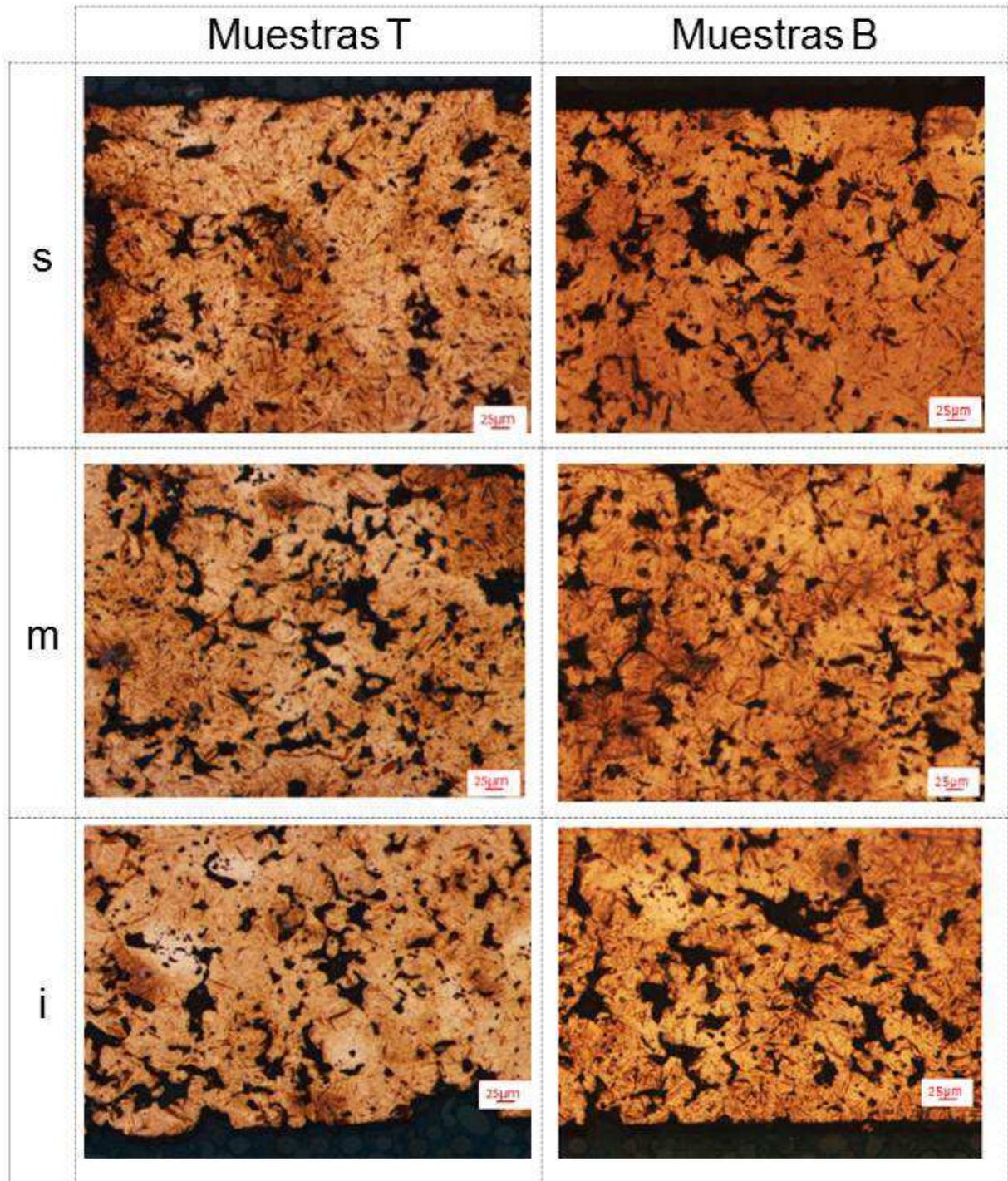


Fig. 4. 11 Microestructuras de las muestras de material CrMS



Otro aspecto que llama la atención en este acero respecto a los anteriores es que la microestructura es muy similar en ambos tipos de muestras. El hecho de que este tipo de polvo sea menos sensible a la velocidad de enfriamiento que los anteriores justificaría este resultado. Esto se puede apreciar en la figura 4.12 donde se muestran las curvas CCT para polvos CrM con contenidos en carbono próximos al del material en estudio (0.45%). Nótese que de acuerdo con esta última figura, en el caso del acero CrM con 0.5% de carbono la microestructura que se obtiene tras el enfriamiento a 5 y 1 °C/s es plenamente martensítica y sólo cabría esperar algún leve vestigio de bainita y, por supuesto, ni ferrita, ni perlita.

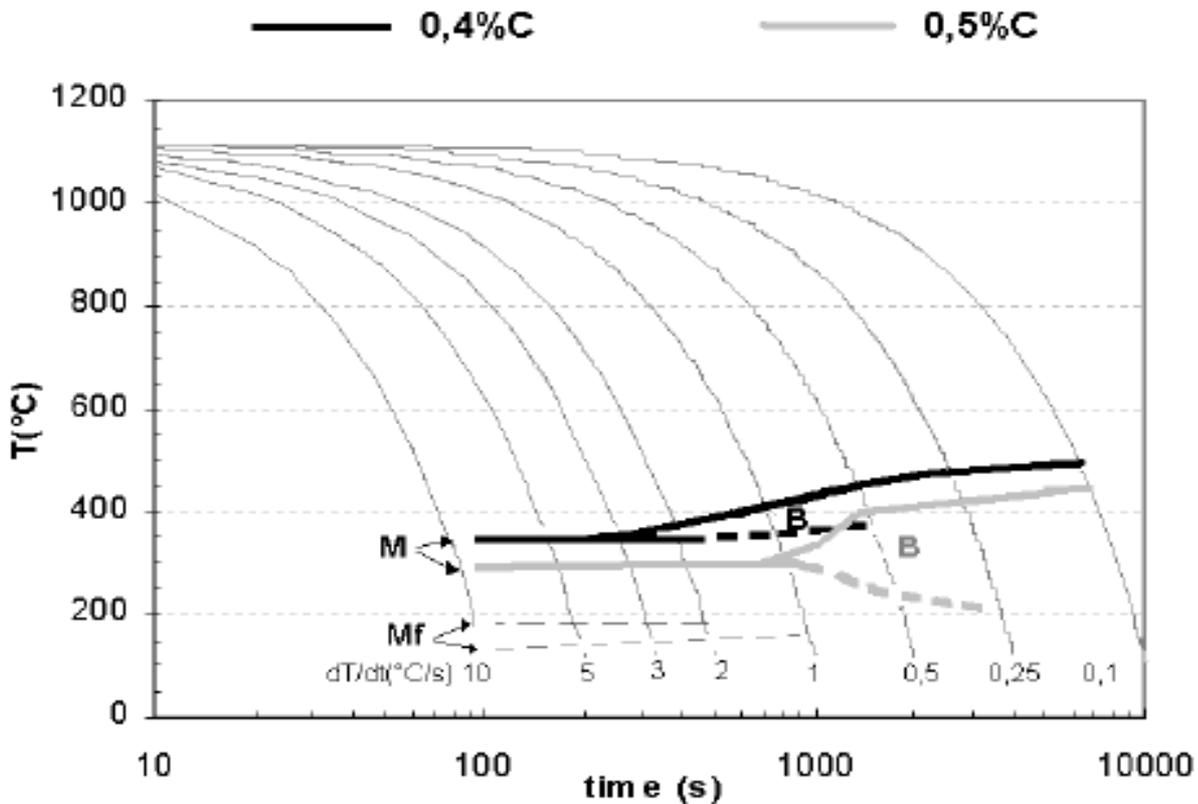


Fig. 4.12 Curvas CCT del material CrM con 0.4%C y 0.5%

Por último, la figura 4.13 recoge imágenes de la microestructura representativa de las muestras T y B procedentes del material CrMR obtenidas en distintas posiciones respecto al espesor de las muestras.

Como en los casos anteriores, el proceso de revenido a baja temperatura en este material (200°C) no tiene influencia desde el punto de vista microestructural. Como ya se puso de manifiesto [131], el revenido en este material, por debajo de 400°C no produce un cambio estructural, sino que es sólo a partir de 500°C cuando se producen cambios típicos del revenido.

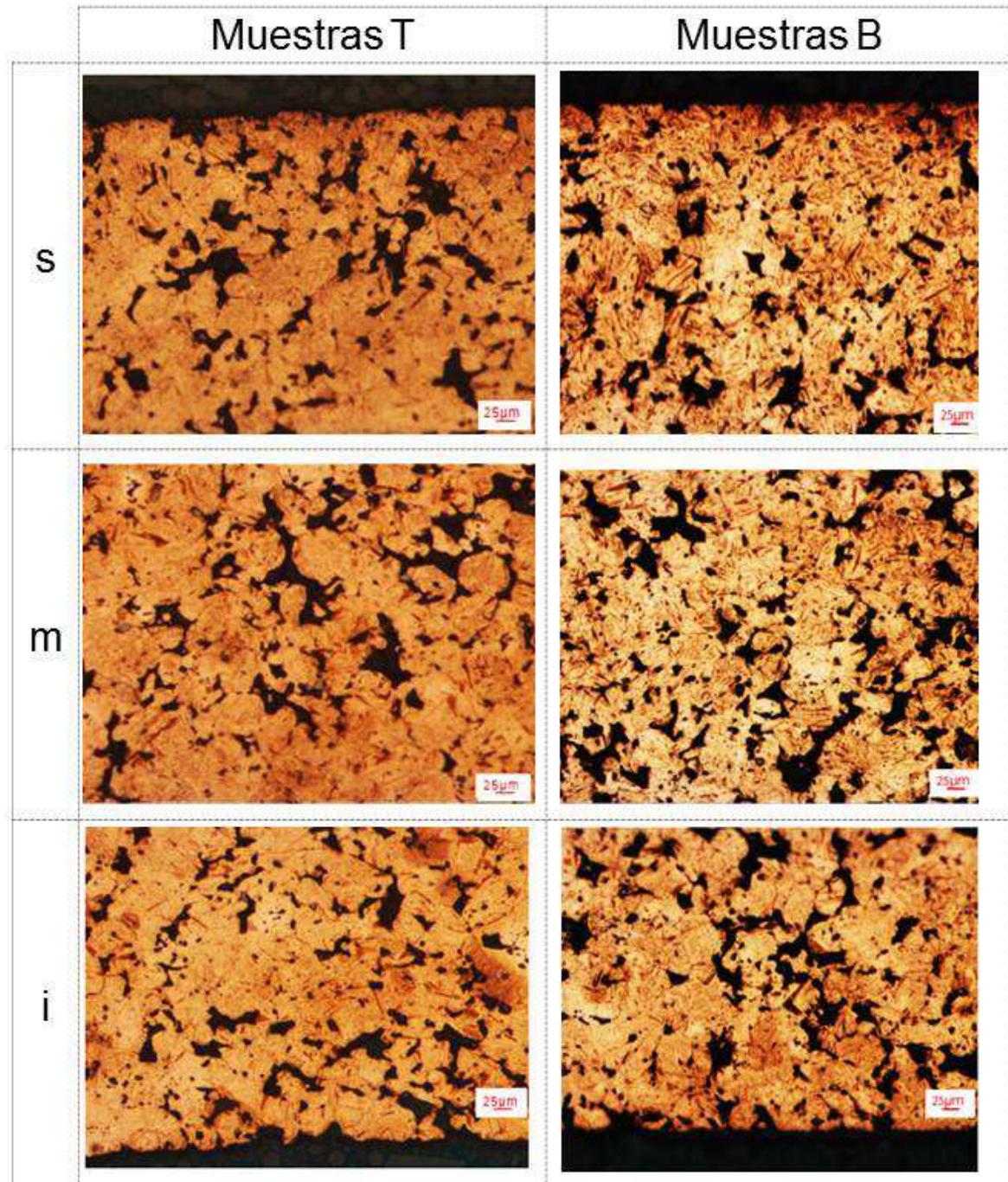


Fig. 4.13 Microestructuras de las muestras de material CrMR

4.1.5 Dureza

Los resultados medios y la desviación estándar de dureza HB2.5 obtenidos en las diferentes muestras, por zonas, se recogen en la tabla 4.5.

Se observa, que los productos que presentan una dureza mayor son los fabricados a partir de la materia prima CrM, mientras que los más blandos son los fabricados a partir de la materia prima AE. La diferencia de dureza, obviamente basada en la



microestructura generada, se fundamenta principalmente en la forma en la que los aleantes se han añadido en cada tipo de polvo. El material más blando, AE, cuenta con todos sus aleantes predifundidos, lo que da lugar a un producto final muy heterogéneo, con fuertes gradientes de composición y una microestructura con un contenido significativo de fases relativamente blandas, como la ferrita y la perlita. Por otro lado, el producto más duro se ha obtenido a partir del polvo CrM, de partida se encontraba totalmente prealeado. De este modo en este caso se ha formado un producto final muy homogéneo, con una composición química similar en todas las zonas del mismo y una microestructura mayoritariamente martensítica, de alta dureza. El polvo HP muestra características intermedias, con el Cu y Ni predifundidos y el Mo prealeado, lo que da lugar a una heterogeneidad intermedia entre la de los anteriores y una microestructura mezcla de bainita y martensita, con una dureza intercalada entre la de los otros dos productos.

Tabla 4.5 Resultados durezas HB2.5

HB2.5	Muestras T		Muestras B	
	s	i	s	i
AES	280 ± 11	287 ± 5	227.5 ± 4	238 ± 5
AER	276 ± 8	276 ± 13	216 ± 13	246 ± 18
HPS	329 ± 7	331 ± 7	367 ± 22	363 ± 22
HPR	301 ± 9	294 ± 5	300 ± 10	253.8 ± 8
CrMS	348 ± 8	377 ± 4	394 ± 31	430 ± 11
CrMR	355 ± 5	352 ± 6	351 ± 29	406 ± 27

Por otra parte, los productos revenidos parecen mostrar una dureza ligeramente inferior que la de los productos sinterizados, aunque no obstante las diferencias no son significativas. Como ya se comentó, no existían diferencias microestructurales entre ambos tipos de muestra porque el tratamiento de revenido se ha llevado a cabo a baja temperatura (<200°C) y su efecto principal es relajar las fuertes tensiones que se generan en el temple como consecuencia del aumento de volumen asociado a la transformación de la austenita. Sólo en el caso del material HP la diferencia de dureza entre el material revenido y sinterizado parece ser significativa, pero como se verá más adelante eso parece estar más bien relacionado con la pérdida de carbono de la muestra revenida. En la tabla 1 se pone de manifiesto la existencia de variaciones del contenido de carbono significativas entre las mismas regiones en la pieza sinterizada y la revenida.

Comparando ahora la dureza de las muestras B con la de las muestras T, para un mismo material, los comportamientos varían en función de varios factores. En el caso de los productos fabricados con el material AE son las muestras T las que presentan unos valores de dureza mayores, lo que se explicaría en virtud de su menor contenido en ferrita como consecuencia de haber sufrido una mayor velocidad de enfriamiento (el espesor de la probeta T es inferior a la de la B y si el resto de factores no se modifica, se enfriará más rápidamente). Sin embargo, en el caso del



material HP y CrM, las diferencias de dureza parecen estar más relacionadas con los diferentes contenidos en carbono que se han medido en las distintas zonas (ver tabla 4.1), que con la velocidad de enfriamiento en sí misma. Por ejemplo, la menor dureza de las piezas fabricadas con el polvo HP corresponde a la superficie inferior (i) de la muestra B revenida (HPR) y justo en esa posición se había cuantificado el menor contenido de carbono (véase la tabla 4.1). En el caso de los polvos CrM, los mayores valores de dureza se midieron en las superficies inferior (i) de la probeta B (CrMS y CrMR) y también era en esas mismas regiones donde se había medido un contenido de carbono mayor (tabla 4.1).

4.2 COMPORTAMIENTO A TRACCIÓN

Dadas las diferencias, presentadas a lo largo de este capítulo, tanto en la microestructura como en la porosidad, no sólo entre los distintos materiales, sino también entre diferentes muestras del mismo material e incluso entre las distintas partes de la misma geometría, el análisis de tracción se realizó no sólo utilizando las muestras T, especialmente fabricadas para este propósito, sino también sobre probetas extraídas de los bloques paralelepípedicos y a las que a partir de ahora nos referiremos como probetas BT.

La figura 4.14 recoge, de manera esquemática, los ensayos de tracción realizados con cada tipo de materia prima. Como puede observarse, para cada material se utilizaron dos tipos de probetas de tracción (Probetas T y probetas BT) cuya geometría se había descrito en el *Capítulo 3 Materiales y métodos*. Además, y advertidas las posibles diferencias de porosidad y microestructura entre las distintas zonas de las muestras tipo B, en estas muestras se extrajeron probetas de tracción en distintas posiciones respecto al espesor de la muestra. Así tendremos probetas BT_z_s , BT_z_m y BT_z_i cuya posición de extracción resultaba próxima, respectivamente, a la cara superior (s), a la zona media (m) o a la cara (i) de las muestras.

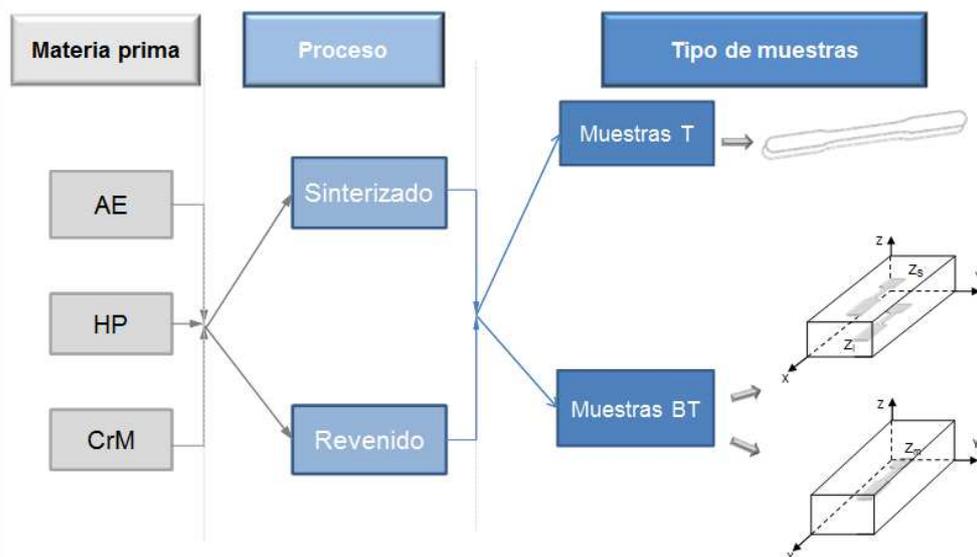


Fig. 4.14 Esquema de las probetas de tracción ensayadas



En base al amplio número de materiales y de tipos de probetas utilizados, y al objeto de exponer los resultados de la forma más clara posible, a continuación se presentarán éstos agrupados por tipo de polvo de partida.

La figura 4.15 muestra, a modo de comparación, algunas de las curvas tensión-deformación obtenidas tras el ensayo de tracción de probetas provenientes de muestras de polvos AE, tanto sinterizadas (AES) como sinterizadas y revenidas (AER). En esta figura pueden verse 3 grupos de curvas claramente diferenciados entre sí. Las dos curvas que presentan una mayor resistencia son las obtenidas tras el ensayo de las muestras tipo T, muestras que habían sido fabricadas directamente con la geometría de una probeta de tracción estándar. Por debajo de estas curvas se encuentran las obtenidas tras ensayar probetas extraídas de las muestras B en la posición I (en la posición s se obtienen curvas semejantes). Por último y con una menor resistencia y ductilidad se encuentran las curvas obtenidas tras el ensayo de muestras BT pero extraídas en la zona media del espesor (BT_m).

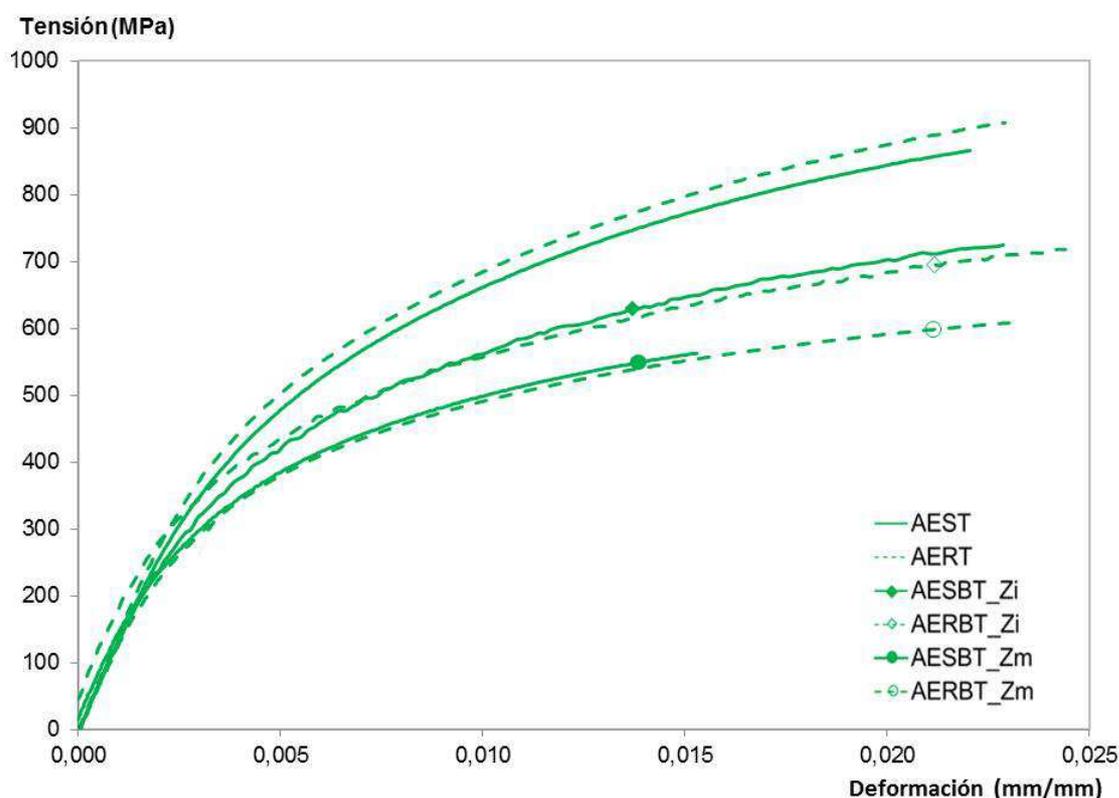


Fig. 4.15 Curvas tensión-deformación correspondientes a los materiales AES y AER

El hecho de que las probetas tipo T exhiban una mayor resistencia que el resto estaría fundamentado en su microestructura, con un menor contenido en ferrita, en virtud de una mayor velocidad de enfriamiento [130]. Esta misma razón, apoyaría la menor resistencia de las probetas obtenidas de la zona central de las muestras tipo B, zona que enfriaría más lentamente que las superficies. Pero además de una



menor resistencia, las probetas BT_m muestran también una notable pérdida de ductilidad. La razón de este comportamiento estaría en la mayor porosidad presente en la zona media de las probetas (ver tabla 4.3).

La tabla 4.6, recoge el valor medio y la desviación estándar de los parámetros de tracción obtenidos para los materiales AES y AER con los distintos tipos de probeta.

Las curvas tensión-deformación representativas de probetas procedentes de materiales obtenidos a partir de la materia prima HP se recogen en la figura 4.17. En este caso, las curvas obtenidas con las probetas de tracción estándar y con las extraídas de la muestra B en la posición s (BT_s) del material sinterizado son muy semejantes. Las pequeñas diferencias microestructurales provenientes de las distintas velocidades de enfriamiento, estarían ahora posiblemente compensadas con las diferencias de porosidad (mayor porosidad en las muestras T que en las BT_s). Por su parte, las probetas procedentes de la zona media (BT_m), que ha enfriado más lentamente y que mostraba una mayor porosidad, presentan un comportamiento a tracción más reducido.

Esta competencia entre microestructura y porosidad explicaría también el comportamiento mecánico a tracción de las probetas correspondientes al material revenido. Mientras que en las probetas de tracción estándar (probetas T) el efecto del revenido se refleja en un ligero aumento de la ductilidad y resistencia a la tracción, en las probetas tipo BT la respuesta es la contraria.

Tabla 4.6 Resultados de tracción de los materiales obtenidos a partir de la materia prima AE

Material	Muestra	E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_r (MPa)	A (%)
AES	T	129356 ± 3326	504 ± 7	878 ± 9	1.58 ± 0.15
	BT_s	127384 ± 1246	455 ± 70	732 ± 72	1.72 ± 0.20
	BT_m	134272 ± 4871	390 ± 116	561 ± 49	1.50 ± 0.18
	BT_l	135000 ± 515	440 ± 35	710 ± 105	1.85 ± 0.23
AER	T	139487 ± 4005	525 ± 12	923 ± 11	2.38 ± 0.45
	BT_s	131500 ± 2698	445 ± 13	720 ± 223	2.72 ± 0.26
	BT_m	127685 ± 1637	382 ± 6	608 ± 90	1.84 ± 0.17
	BT_l	132085 ± 1474	426 ± 37	719 ± 11	2.20 ± 0.25

Las probetas extraídas de la posición S ($HPRBT_s$) muestran una caída de resistencia y ductilidad, caída que aún es más pronunciada en las probetas procedentes de la posición m ($HPRBT_m$). Este comportamiento estaría justificado, para ambos tipos de probeta, por el eventual proceso de descarburación de las zonas de la muestra en contacto con la placa soporte durante el sinterizado (ver apartado 4.1.1 *Contenido de carbono*). Si a un menor contenido en carbono se le añade una mayor porosidad, obtendríamos el comportamiento a tracción de las probetas extraídas de la zona m (probetas $HPRBT_m$).

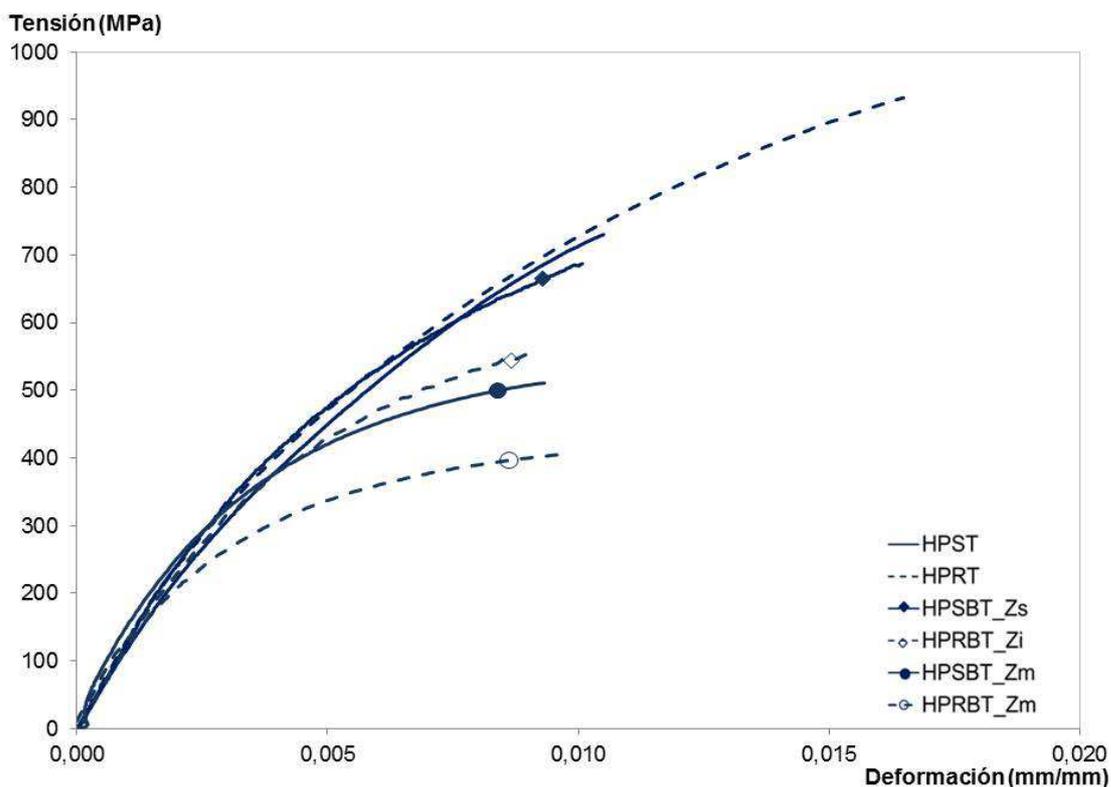


Fig. 4.16 Curvas tensión-deformación correspondiente a los materiales HPS y HPR

La Tabla 4.7 recoge el valor medio y la desviación estándar de los parámetros de tracción obtenidos para los materiales HP y HPR con los distintos tipos de probeta.

Tabla 4.7 resultados obtenidos de los ensayos de tracción realizados a los productos obtenidos a partir de la materia prima HP

Material	Muestra	E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_r (MPa)	A (%)
HPS	T	117953 ± 3086	570 ± 20	783 ± 41	0.54 ± 0.01
	BT _s	118895 ± 1633	560 ± 54	765 ± 5	0.48 ± 0.11
	BT _m	114224 ± 1964	440 ± 70	510 ± 175	0.50 ± 0.07
	BT _l	125667 ± 8091	437 ± 21	509 ± 0.7	0.50 ± 0.23
HPR	T	130410 ± 992	598 ± 13	921 ± 16	0.70 ± 0.51
	BT _s	100956 ± 3580	480 ± 111	645 ± 165	0.79 ± 0.11
	BT _m	111065 ± 9853	323 ± 105	412 ± 102	0.62 ± 0.36
	BT _l	130063 ± 1343	450 ± 16	557 ± 2	0.43 ± 0.42

En cuanto al comportamiento a tracción de los materiales CrM y CrMR, la figura 4.17 recoge las curvas representativas de los distintos tipos de probetas utilizadas. Al igual que ocurría con su microestructura, los materiales procedentes de los polvos CrM son los que muestran un comportamiento mecánico a tracción más homogéneo, con muy poca dispersión en función del tipo de muestra analizado. No obstante, son de nuevo las probetas provenientes de la mitad del espesor de las muestras B (probetas BT_m) las que presentan unas características mecánicas más mermadas, lo que de nuevo



se fundamentaría, básicamente, en la mayor porosidad y menor velocidad de enfriamiento de esta zona respecto al resto.

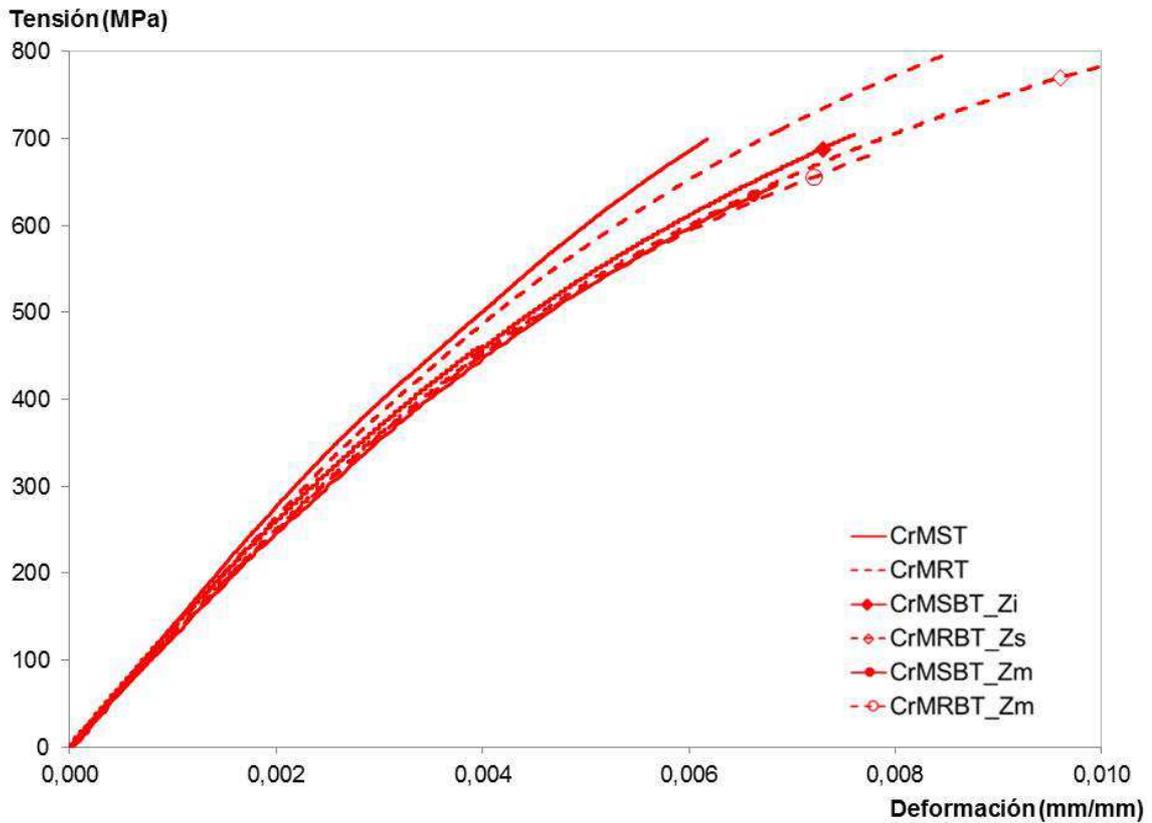


Fig. 4.17 Curvas tensión-deformación de los ensayos SPT de los materiales obtenidos a partir de la materia prima CrM

Con el material CrM las probetas revenidas han mostrado siempre un comportamiento superior al de las probetas sinterizadas. En este caso la microestructura de las probetas sinterizadas era predominantemente martensítica y el revenido a baja temperatura aplicado relaja las tensiones del temple mejorando ligeramente el comportamiento a tracción del material.

Tabla 4.8 Resultados de los ensayos de tracción para los materiales obtenidos a partir de la materia prima CrM

Material	Tipo	E (MPa)	σ_y (MPa)	σ_r (MPa)	A (%)
CrMS	T	137043 ± 4109	726 ± 27	726 ± 27	0.08 ± 0.01
	BT _s	125673 ± 1501	756 ± 80	880 ± 168	0.02 ± 0.01
	BT _m	127796 ± 1004	643 ± 104	643 ± 153	0.18 ± 0.07
	BT _i	139038 ± 2094	743 ± 33	859 ± 1	0.25 ± 0.09
CrMR	T	133261 ± 1264	733 ± 13	775 ± 22	0.20 ± 0.06
	BT _s	130000 ± 1790	675 ± 76	784 ± 32	0.65 ± 0.08
	BT _m	135224 ± 3694	636 ± 98	685 ± 74	0.23 ± 0.03
	BT _i	134298 ± 2109	652 ± 66	652 ± 81	0.22 ± 0.03



La Tabla 4.8, recoge el valor medio y la desviación estándar de los parámetros de tracción obtenidos para los materiales CrMS y CrMR con los distintos tipos de probeta utilizados.

A través de los resultados presentados en el apartado anterior queda clara la gran influencia ejercida tanto por la microestructura como por la porosidad en este tipo de materiales.

Se ha visto además que la geometría de la muestra, y más concretamente su efecto sobre la velocidad de enfriamiento tras el proceso de sinterizado, parece tener más influencia en las propiedades mecánicas de un determinado material que el efecto de un posterior revenido.

En base a estas consideraciones y al objeto de intentar separar, si quiera groseramente, el efecto de la porosidad del de la microestructura, se ha considerado que las muestras procedentes de un mismo polvo de partida tendrían la misma microestructura mientras tuviesen la misma geometría y se han comparado sus propiedades mecánicas a tracción en función de la porosidad. Las figuras 4.18, 4.19 y 4.20 reflejan estas relaciones para los materiales procedentes de los polvos AE, HP y CrM respectivamente.

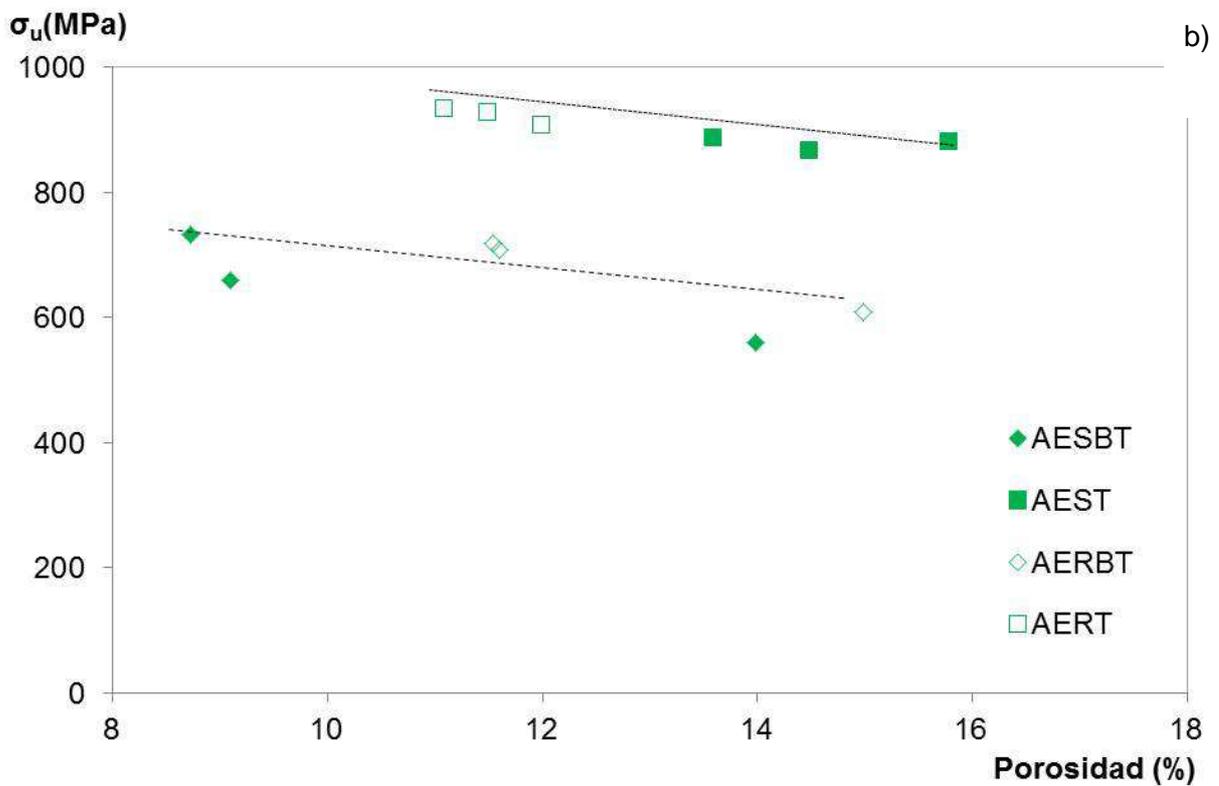
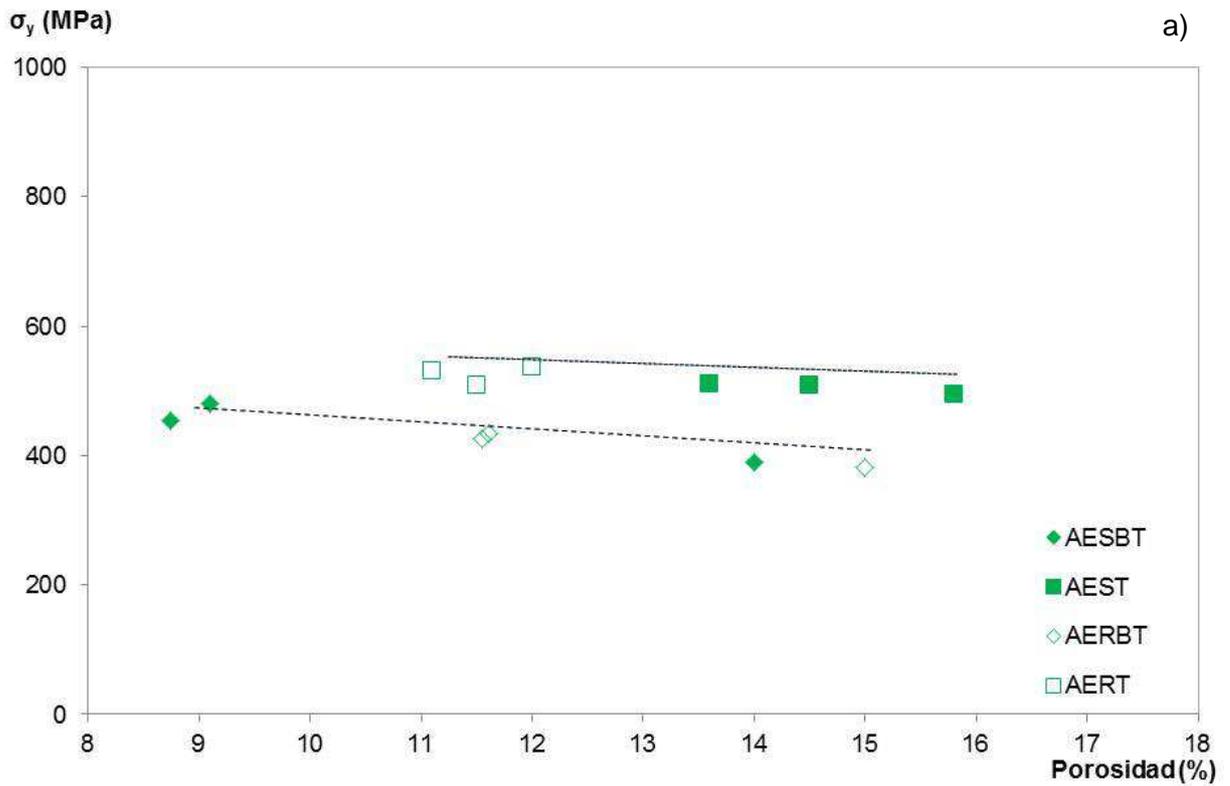


Fig. 4.18 Relación de la porosidad de los materiales procedentes de los polvos AE con: (a) el límite elástico, (b) la resistencia mecánica

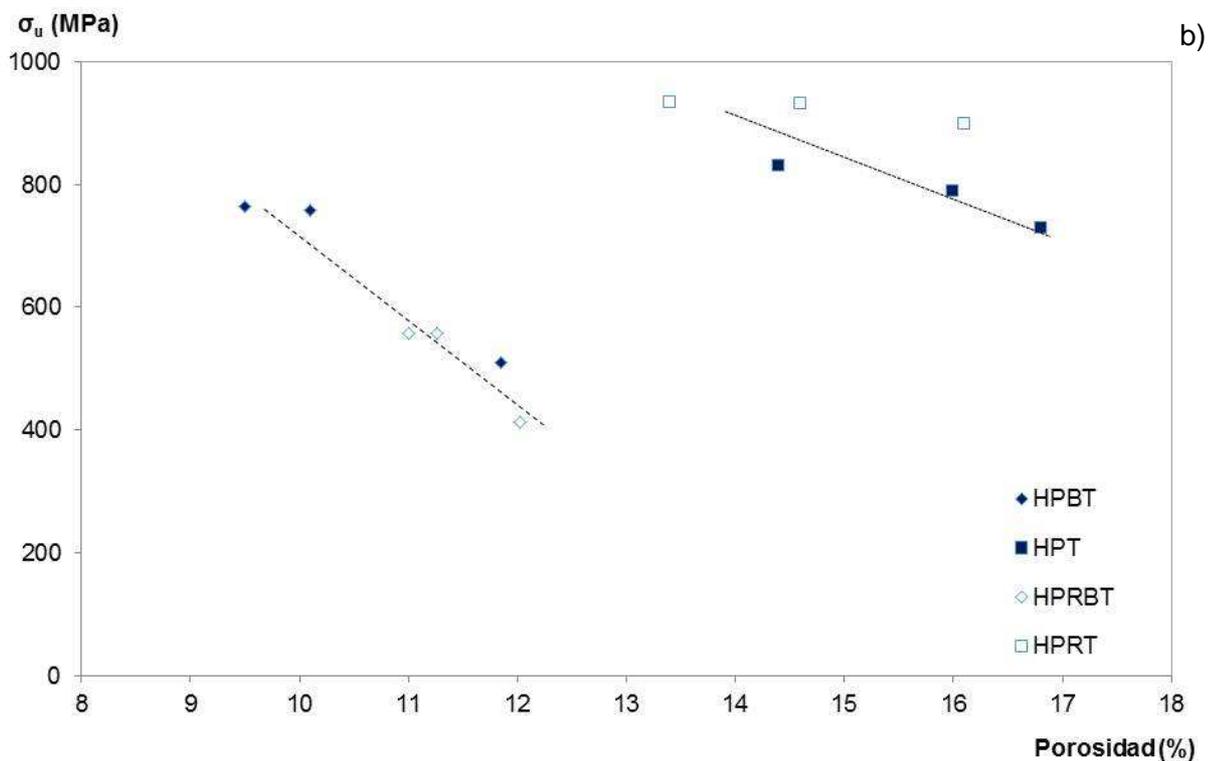
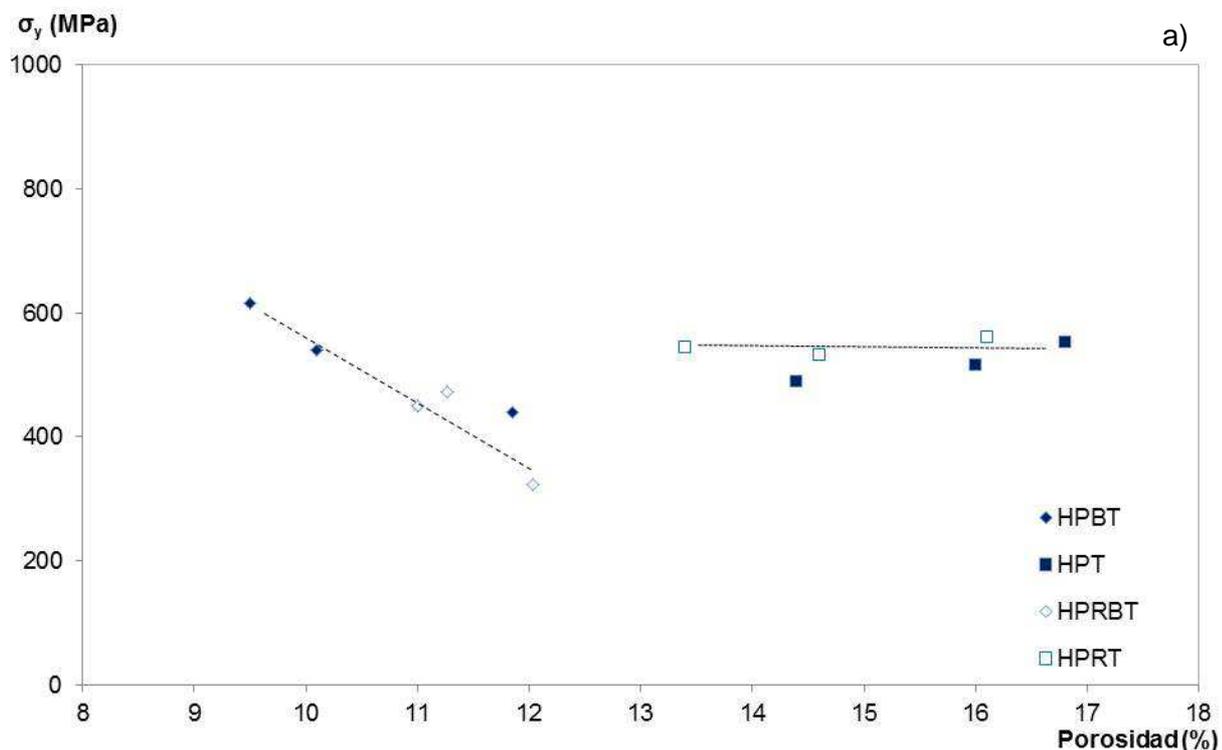


Fig. 4.19 Relación de la porosidad de los materiales procedentes de los polvos HP con: (a) el límite elástico, (b) la resistencia mecánica

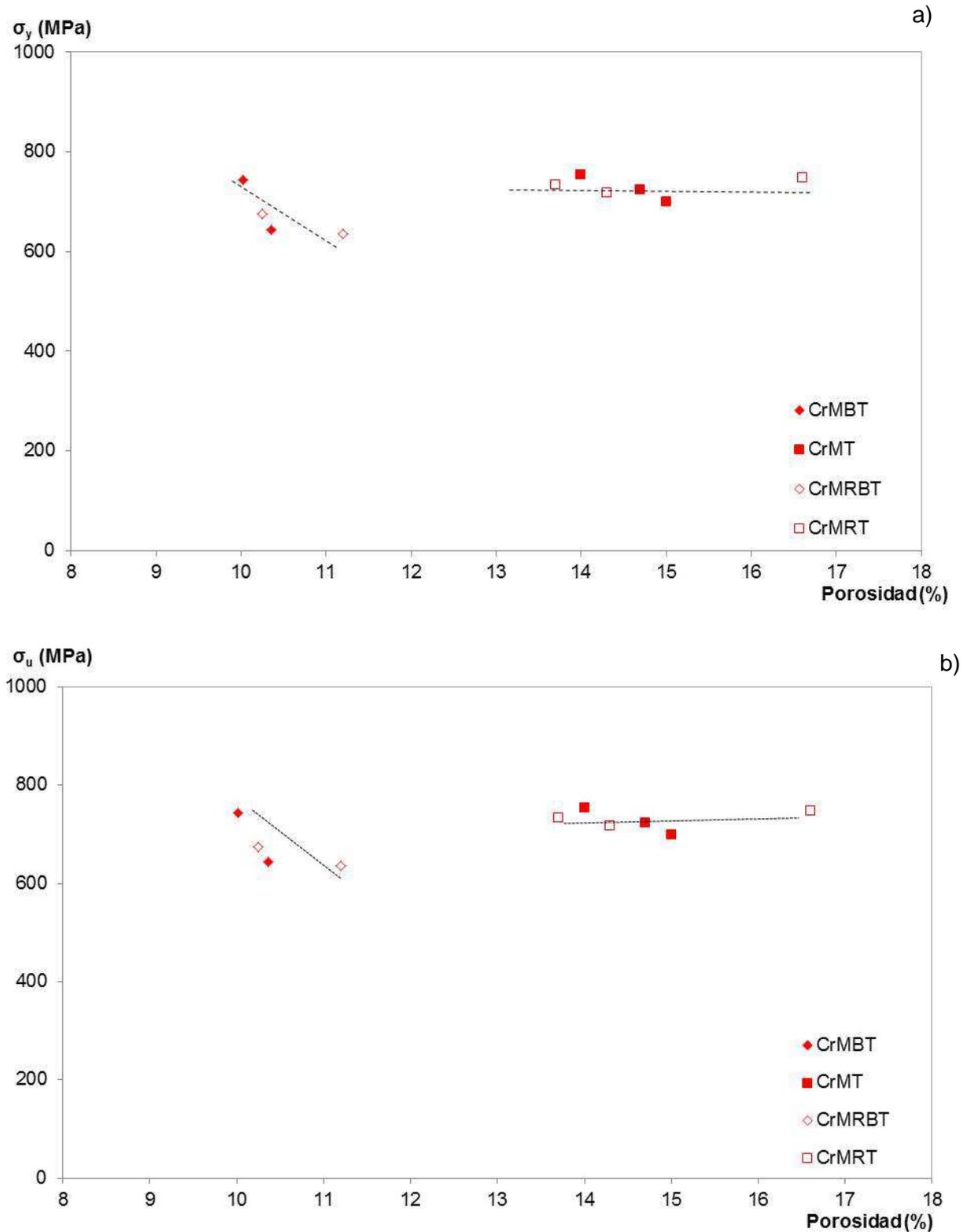


Fig. 4.20 Relación de la porosidad de los materiales procedentes de los polvos CrM con: (a) el límite elástico, (b) la resistencia mecánica



En el caso del material AE (figura 4.18), donde las muestras tipo T y tipo B contaban con valores de porosidad comparables, la influencia de la mayor velocidad de enfriamiento sufrida por las muestras de menor volumen (muestras T) es clara. El límite elástico de las probetas tipo T supera en más de 100 MPa al de las probetas BT y la diferencia entre las resistencias mecánicas llega a superar los 200 MPa. En esta figura también se observa que la influencia de la porosidad en ambos tipos de muestra es similar, con una caída de la resistencia conforme aumenta la porosidad.

Estas relaciones ya no están tan claras en el caso de los materiales procedentes de los polvos HP (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**). Por una parte las porosidades entre un tipo de probeta y otro no son comparables: mientras que las probetas procedentes de las muestras B oscilan entre el 10 y el 12%, las de las muestras T están por encima de 14%. Recordemos además que el material HPR había sufrido un proceso de descarburación en la cara inferior de las muestras B. De todos modos, a la vista de la figura 4.19, podría decirse que en este material las diferencias microestructurales exhibidas por los dos tipos de muestra afectan mucho más al comportamiento mecánico que la porosidad. No obstante la porosidad también intervendrá en la respuesta mecánica de este tipo de materiales.

Tampoco son comparables las porosidades de las muestras T y B en el caso de los materiales procedentes de polvos CrM (figura 4.20), aunque de nuevo se observa cómo las propiedades mecánicas decrecen conforme aumenta la porosidad del material. También en este caso la influencia de la geometría de la muestra de partida y por tanto de la velocidad de enfriamiento en la respuesta mecánica de los materiales vuelve a ser más importante que el efecto de la porosidad.

Por último, y de cara a comparar el comportamiento a tracción de los 6 tipos de materiales analizados, evitando en lo posible los efectos derivados de la geometría de las muestras de partida, en las Fig. 4.21, Fig. 4.22 y Fig. 4.23 se recogen, conjuntamente, las curvas a tracción representativas de los distintos materiales por tipo de muestra de partida y posición de la probeta en la muestra.

La Fig. 4.21 recoge las curvas representativas de las muestras tipo T, que recordemos tenían la geometría de una probeta de tracción estándar. Por su parte la Fig. 4.22 muestra conjuntamente las curvas correspondientes a las probetas extraídas de la muestra B en una posición media respecto al espesor de la misma (probetas BT_m). La Fig. 4.23 recoge estas mismas curvas pero para probetas extraídas de las muestras B en posiciones cercanas a las superficies inferior (probeta BT_i) o superior (probeta BT_s).

Como puede observarse en todas estas figuras, si comparamos las curvas de tracción exclusivamente en función del polvo de partida, la tendencia en cuanto a ductilidad es indiferente del tipo de muestra de partida o de la posición de la probeta dentro de la muestra. En todos los casos los materiales procedentes del polvo AE se



muestran mucho más dúctiles que el resto, siendo los procedentes de los polvos CrM los que muestran una menor deformación a rotura.

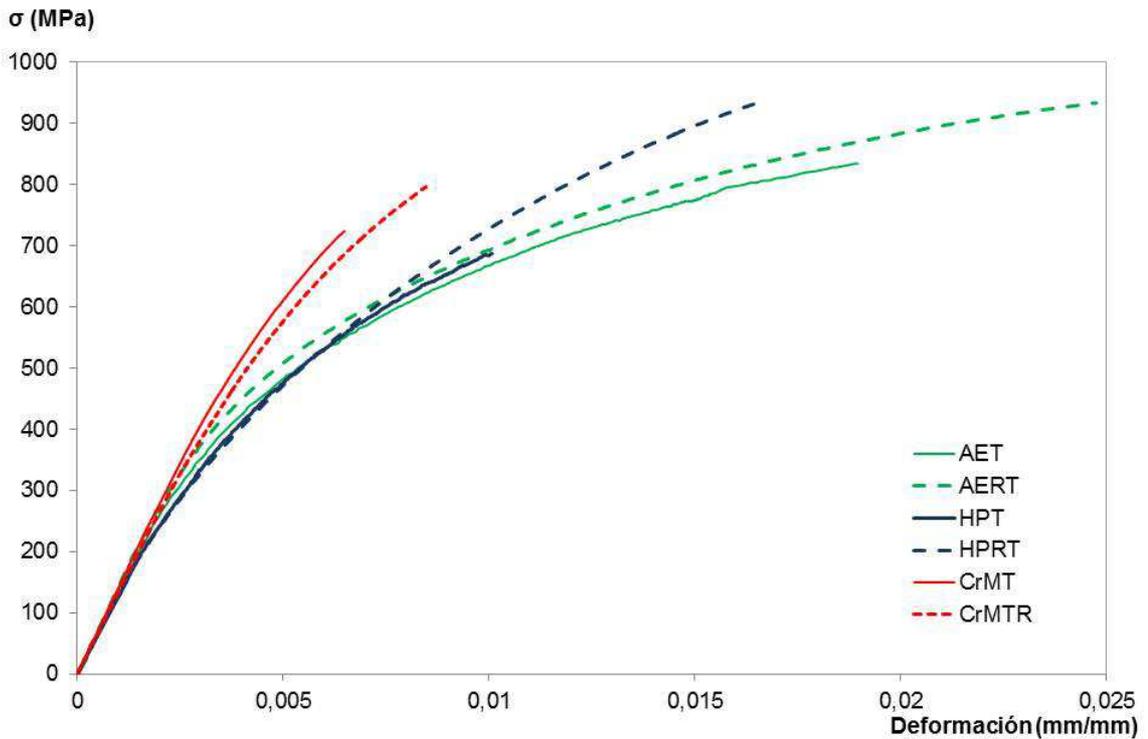


Fig. 4.21 Curvas tensión-deformación de las muestras T de todos los materiales

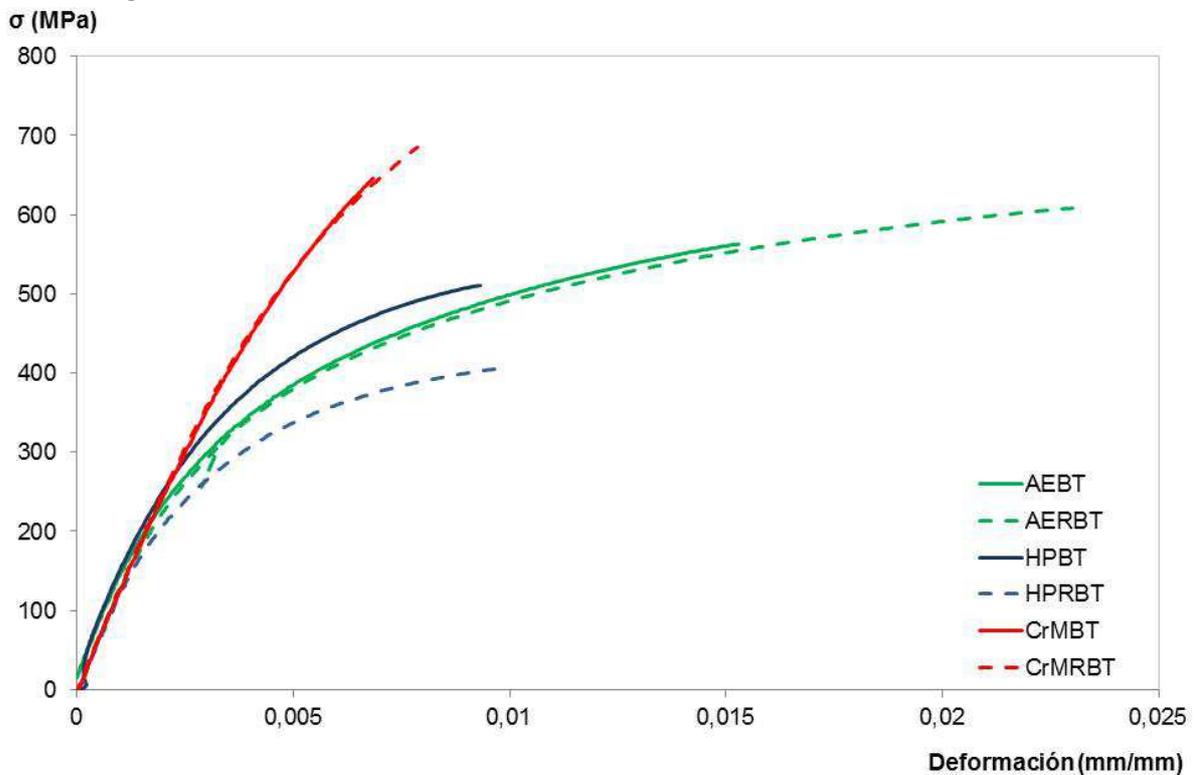


Fig. 4.22 Curvas tensión-deformación de las probetas BT_m de todos los materiales

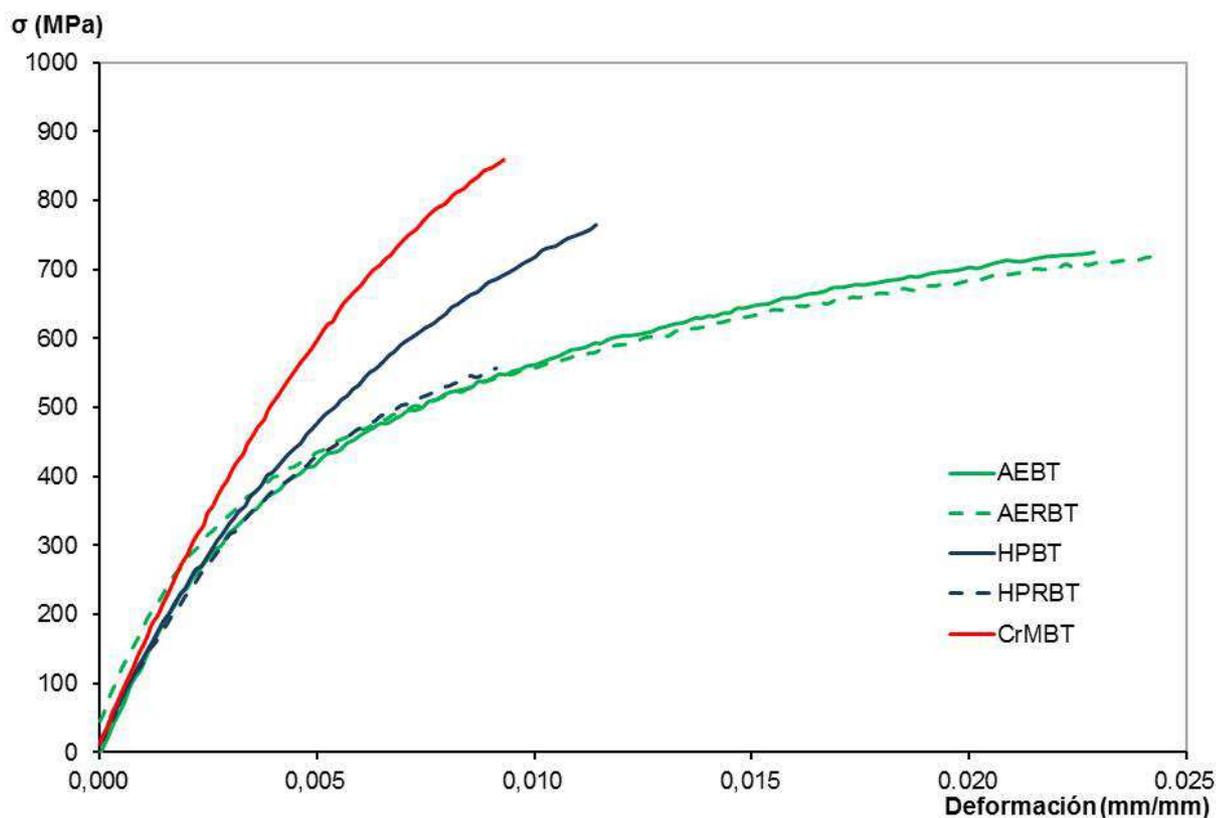


Fig. 4.23 Curvas tensión-deformación de las probetas BT_s y BT_i

Sin embargo, cuando comparamos resistencias la cosa cambia, y sobre todo si queremos estimar el efecto del revenido. Así, los materiales HP que en un ensayo de tracción sobre probeta convencional (figura 4.18 a) mostraba una resistencia mecánica similar (HPS) e incluso superior (HPR) a los procedentes de los polvos CrM, cuando eran ensayados utilizando probetas procedentes de las muestras B (figuras 4.8.b y 4.18.c) mostraban una resistencia muy inferior, tendencia que se acentuaba aún más cuando la probeta se extraía en la zona central del espesor de la muestra (Figura 4.18b) debido a la mayor porosidad de esa zona, y en estado de revenido (HPRm).

Demostrada la gran influencia sobre las propiedades mecánicas a tracción tanto de la geometría de la muestra de partida como de la posición de una determinada probeta, parece evidente que de cara a comparar estos resultados con los procedentes de un ensayo Small Punch hemos de utilizar los correspondientes a probetas que, ya sean destinadas a un ensayo de tracción como a un ensayo SP hayan sido obtenidas de la misma muestra y en zonas muy próximas.

5. APLICACIÓN DEL SMALL PUNCH TEST A PRODUCTOS SINTERIZADOS



CAPÍTULO 5

APLICACIÓN DEL SMALL PUNCH TEST A PRODUCTOS SINTERIZADOS

En este capítulo se muestran los resultados de los ensayos EMP, el cálculo de sus parámetros característicos y estos resultados se han comparado con los obtenidos por el ensayo tradicional mostrado en el capítulo anterior.

A lo largo del capítulo se describirán las curvas características de este ensayo para estos materiales, así como los parámetros obtenidos de las curvas. En una segunda parte, se presentan los resultados, y a continuación se discutirán los mismos.

La parte final del capítulo se centra en el estudio de la posible aplicabilidad de este ensayo a materiales sinterizados a partir de los resultados presentados en este capítulo y en el capítulo anterior capítulo 4.



5.1 APLICACIÓN DEL ENSAYO SMALL PUNCH TEST A PRODUCTOS SINTERIZADOS

Antes de presentar los resultados del ensayo Small punch, es necesario presentar las curvas característica de estos materiales para este ensayo, ya que no siguen la misma geometría que las curvas de todos los materiales ensayados hasta el momento con esta metodología.

5.1.1 Curvas SPT y parámetros característicos de los materiales analizados

En el *Capítulo 2 Antecedentes*, se hizo mención a las curvas características de los aceros convencionales para este ensayo, así como los diferentes puntos relevantes de las mismas y las diferentes zonas.

A lo largo de toda la tesis se ha intentado reflejar la complejidad en la que se enmarca este estudio, a través de los diferentes factores que influyen en los productos obtenidos por el proceso de la pulvimetalurgia. En este punto de la investigación es donde más se refleja esta dificultad, ya que las curvas obtenidas con el ensayo SP en este tipo de materiales difieren bastante de lo visto hasta el momento con el resto de materiales ensayados por este método, por ello, antes de empezar a analizar los diferentes resultados, es necesario analizar dichas curvas para identificar bien las diferentes zonas y entender qué ocurre en cada una de ellas.

En la figura 5.1 se muestra una curva característica obtenida tras el ensayo SPT de uno de los materiales analizados, concretamente el más dúctil (AES). Esta figura también recoge, a modo de ejemplo, la curva característica de un acero estructural con una resistencia semejante a la de estos materiales. Como puede observarse, ambas curvas coinciden en la primera zona, pero sobrepasada la zona elástica (Zona I) los materiales aquí analizados no muestran el endurecimiento típico de los aceros convencionales (Zonas II y III de la figura 2.13) sino que su pendiente cae progresivamente hasta alcanzarse el punto de carga máxima y la rotura de la probeta.

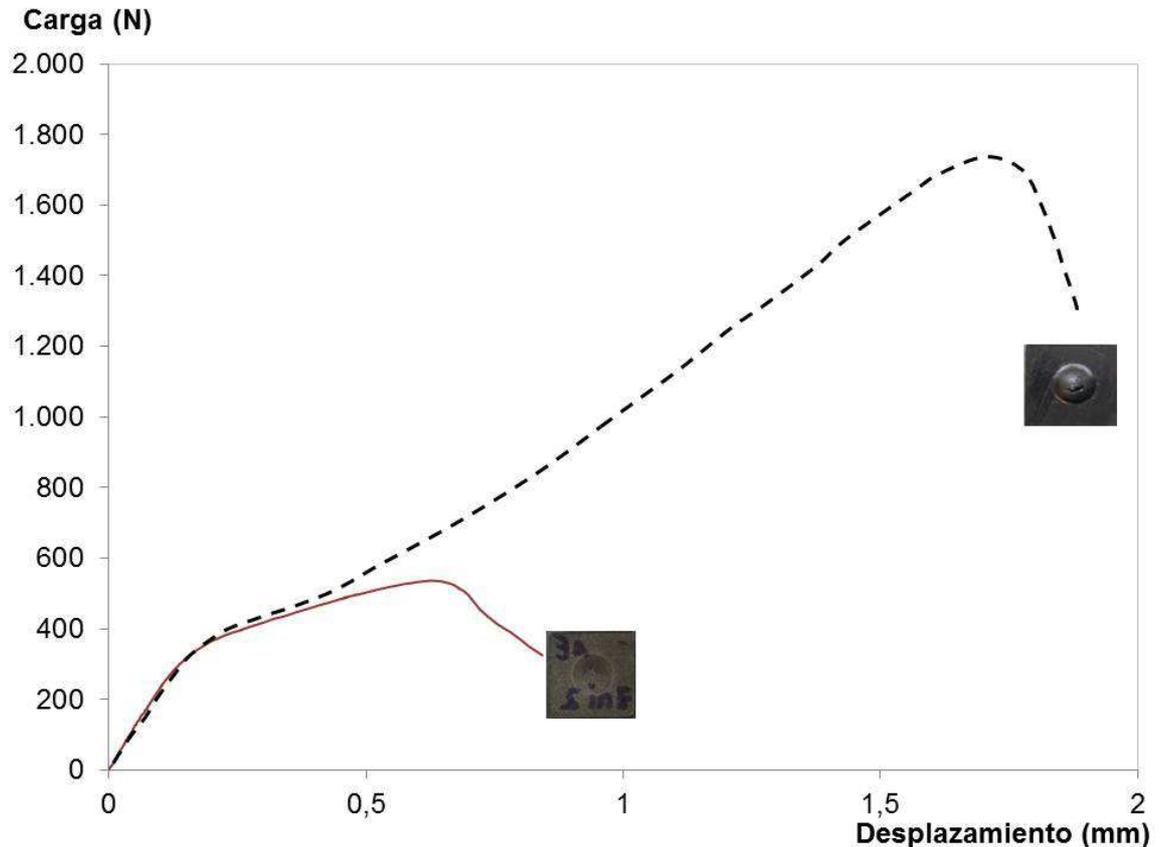


Fig. 5.1 Curva característica acero sinterizado frente a la curva de un acero convencional

Otro comportamiento que parece característico de este tipo de materiales durante el ensayo SP, es la aparente rigidización que parece producirse en la parte inicial del ensayo. La figura 5.2 muestra, a modo de ejemplo, este comportamiento para el material HPS.

Dada la mayor fragilidad de estos materiales, en un principio se achacó este comportamiento a un posible agrietamiento prematuro, pero esta opción fue descartada tras la realización de una serie de ensayos SP que fueron interrumpidos en diferentes estadios antes de que se alcanzase la carga máxima.

La figura 5.3, recoge algunas de estas curvas junto con el aspecto que presentaba la cara de la probeta SPT sometida a esfuerzo de tracción durante el ensayo, para el caso del material CrM sinterizado. Como puede observarse, la probeta que fue ensayada hasta un 62% de la carga máxima (figura 5.3.a) exhibió la rigidización en la curva carga-desplazamiento e incluso puede decirse que entró ligeramente en la zona de comportamiento elastoplástico. Sin embargo, la superficie de esta probeta (figura 5.3.b) no presentaba ningún indicio de haber sufrido daño.

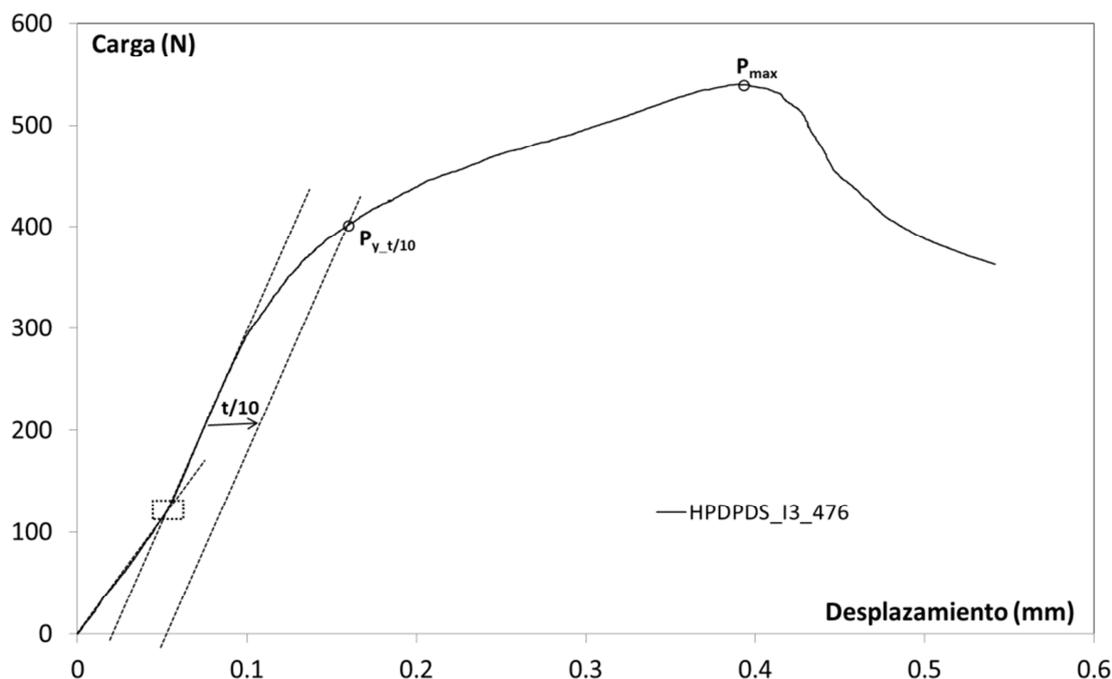


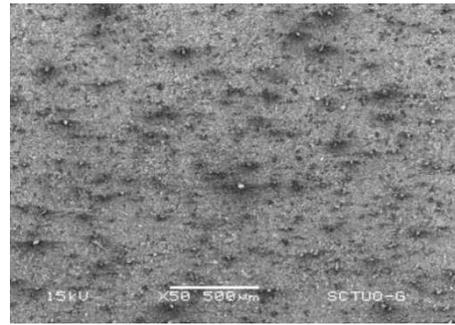
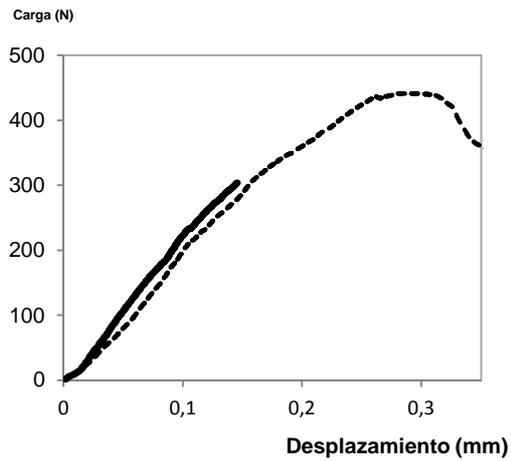
Fig. 5.2 Curva carga-desplazamiento del punzón obtenida para el acero HP sinterizado (HPS) y obtención de la carga P_y normalmente utilizada en este trabajo

En el caso de un ensayo interrumpido a mayor carga (Figura 5.3.b), la superficie de la probeta ensayada ya exhibe un daño considerable, con el aspecto ramificado desde la zona central típico de los materiales con comportamiento frágil. El daño es aún más pronunciado cuando la carga a la que se interrumpe el ensayo se acerca a la carga máxima (figura 5.3.c).

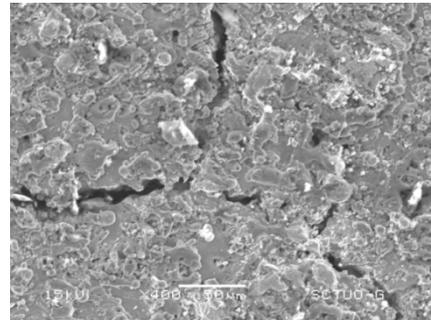
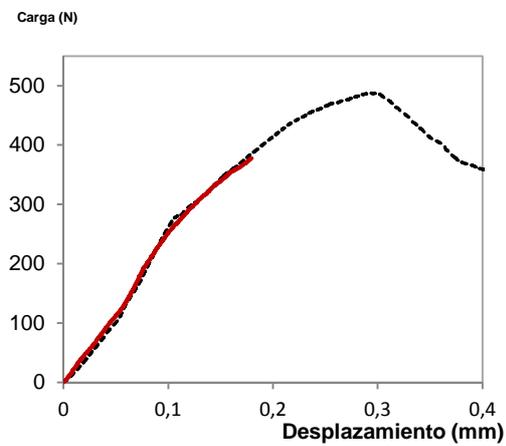
Descartado el daño como responsable del “atípico” comportamiento de estos materiales en la zona inicial, parece que la razón de esa rigidización podría fundamentarse en la densificación que sufrirían estos materiales porosos bajo la acción compresiva del punzón.

Posteriormente, y tras abandonar la zona inicial, los materiales exhibirían una pequeña plastificación tras la cual aparecería el daño y posteriormente la rotura final. La menor ductilidad de estos materiales, sin apenas endurecimiento por deformación, hace que las curvas SPT de estos materiales no muestren el endurecimiento exhibido por los aceros convencionales antes de que sobrevenga la rotura.

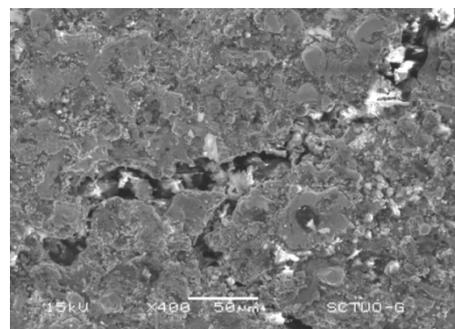
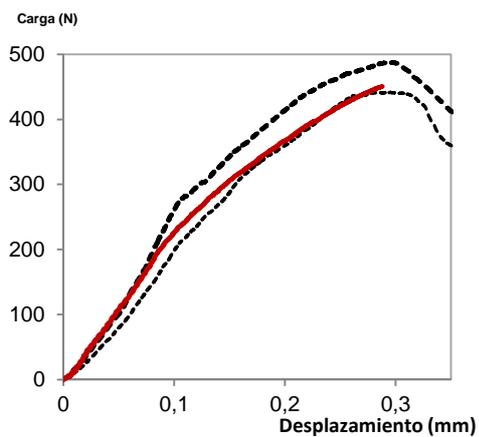
Analizadas las curvas SPT típicas de estos materiales y los comportamientos exhibidos en las distintas zonas parece razonable calcular los parámetros de este ensayo en los mismos puntos que en el caso de los aceros: P_y , P_{max} , d_{max} .



a) Curva SPT y aspecto de la zona de la probeta sometida a tracción tras un ensayo interrumpido al 62% de la carga máxima. Material CrMS



b) Curva SPT y aspecto de la zona de la probeta sometida a tracción tras un ensayo interrumpido al 75% de la carga máxima. Material CrMS



c) Curva SPT y aspecto de la zona de la probeta sometida a tracción tras un ensayo interrumpido al 90% de la carga máxima. Material CrMS

Fig. 5.3 Curvas de los ensayos interrumpidos



Aunque como ya se comentó en el capítulo 2, existen diferentes métodos para calcular el parámetro, P_y [76] [77] en este caso se ha utilizado el propuesto por T. Suarez et al [10], que obtiene dicha carga como la correspondiente al punto de intersección de la curva con una recta de igual pendiente a la de la zona inicial del gráfico, desplazada un valor igual al espesor inicial de la probeta dividido por 10 ($t/10$), tal y como queda reflejado en la figura 5.2. No obstante, en algún caso también se ha calculado el valor de P_y correspondiente a un off-set mucho menor ($t/100$).

El carácter frágil de estos materiales queda también patente en el la forma de rotura de las probetas SPT. Al contrario de lo que ocurre con los materiales dúctiles, cuya rotura se produce por la zona de máxima deformación tras una gran deformación plástica, en este caso la rotura muestra el aspecto de estrella típico de los materiales frágiles y derivado de una fractura frágil en un punto de máxima tensión. La figura 5.4 muestra el aspecto presentado por una de las probetas SPT del acero AES tras el ensayo.



Fig. 5.4 Aspecto de la rotura presentada por una probeta SPT del material AES

5.2 RESULTADOS DE LOS ENSAYOS SPT

En este apartado se muestran los resultados de los ensayos SPT realizados sobre probetas convencionales (10x10x0.5mm) obtenidas para los 6 materiales analizados, de distintas zonas de las muestras tipo B (Capítulo 3, figura 3.9).



Los ensayos se dieron por finalizados tras la rotura completa de las probetas, es decir, cuando una vez que sobrepasada la carga máxima, se produce una caída de la misma de aproximadamente un 50%.

Dados los numerosos ensayos realizados y la gran cantidad de información obtenida, a continuación se presentarán los mismos por tipo de polvo de procedencia de cada material.

Material AE

Las figuras 5.5 y 5.6, muestran, a modo de comparación, algunas de las curvas SPT obtenidas tras el ensayo de las probetas procedentes de los materiales AES y AER respectivamente. En cada una de las figuras se han incluido curvas de ensayo de probetas extraídas en las distintas direcciones (X, Y y Z) y en distintas posiciones respecto al espesor Z de la muestra B (Z_i , Z_m y Z_s).

Por su parte las tablas 5.1 y 5.2 **Error! No se encuentra el origen de la referencia.** recogen los valores medios y la desviación standard de los distintos parámetros característicos de ambos materiales en las distintas direcciones (X, Y y Z) y en distintas posiciones respecto al espesor Z de la muestra B (Z_i , Z_m y Z_s).

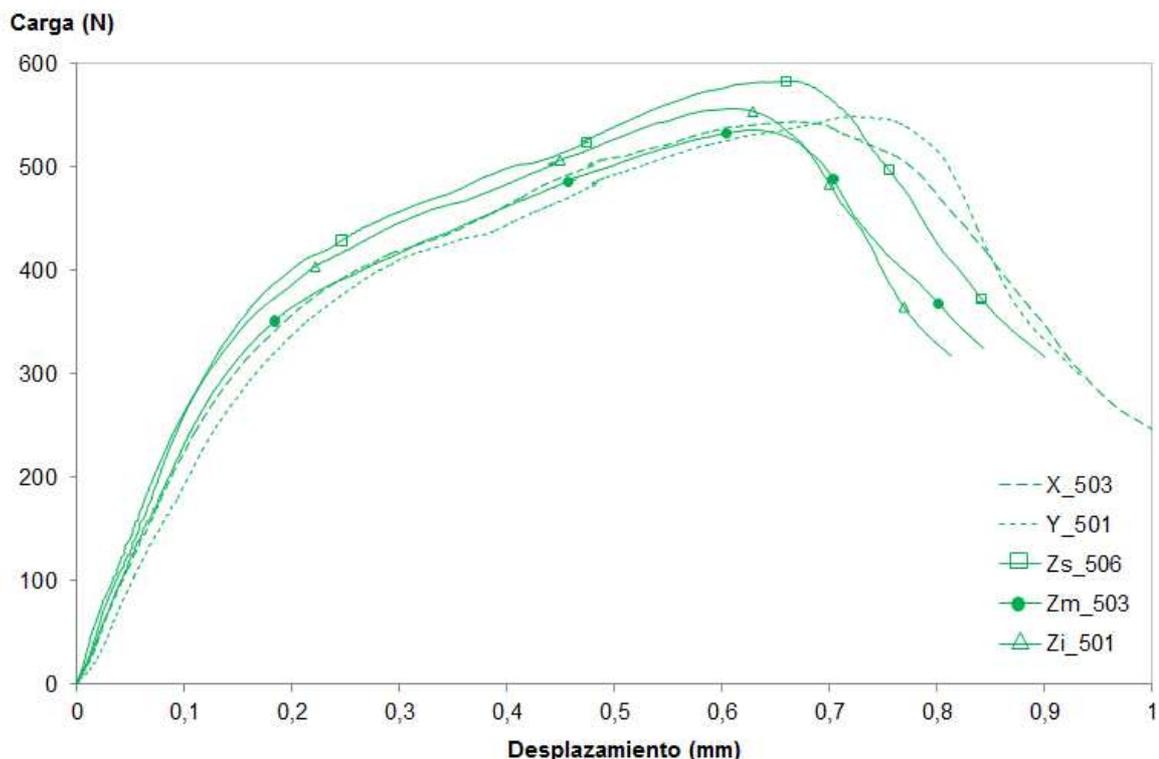


Fig. 5.5 Curvas representativas de los ensayos SP del material AES en diferentes direcciones y posiciones respecto al espesor de la muestra

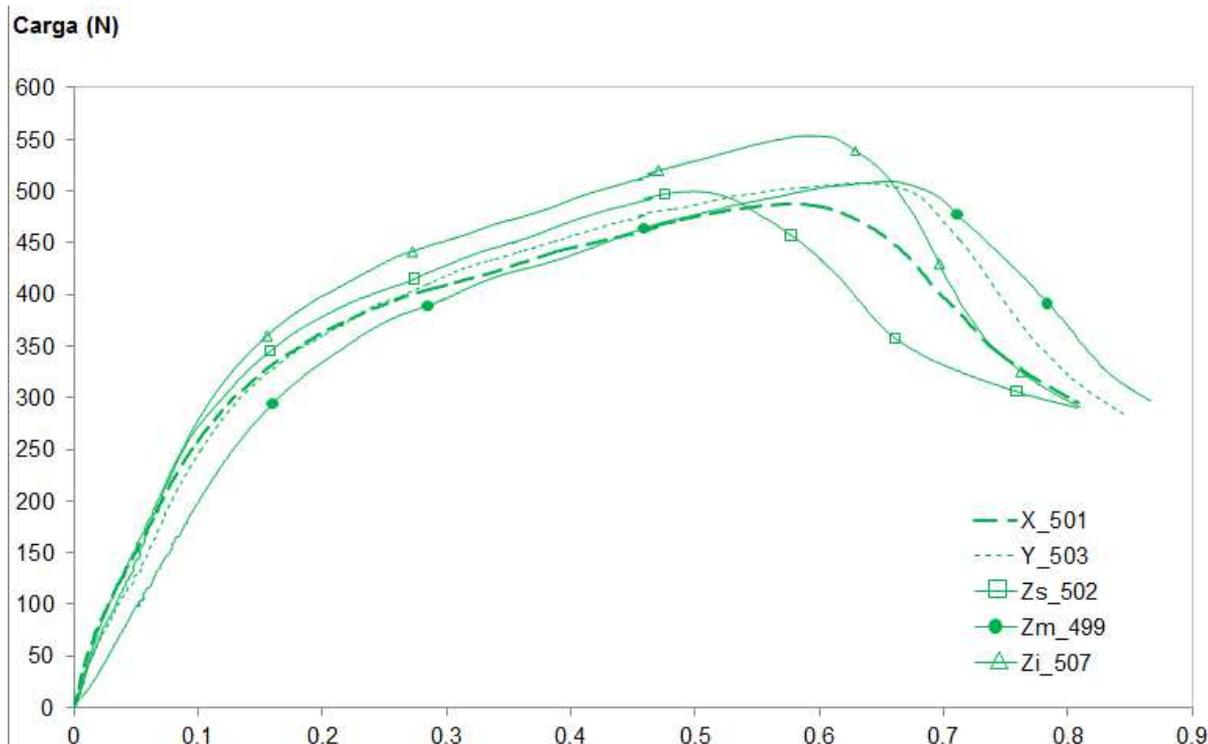


Fig. 5.6 Curvas representativas de los ensayos SP del material AER en diferentes direcciones y posiciones respecto al espesor de la muestra

A la vista de estos resultados, parece que, tanto para el material AES como para el AER, las propiedades mecánicas resistentes (P_y/t^2 y P_{max}/t^2) no presentan diferencias significativas en función de la dirección de extracción de la probeta ni en función de la posición en la que se encuentre la misma respecto al espesor de la muestra. No obstante, y al igual que ocurría en los ensayos de tracción, las probetas extraídas de la zona central de la muestra (Z_m) parecen exhibir una resistencia ligeramente inferior a las Z_s y Z_i en el caso del material AER. También en el caso de este último material, parecen existir diferencias significativas en la ductilidad de las probetas cuando se comparan los valores del parámetro d_{max}/t correspondientes a las direcciones X e Y con los correspondientes a la dirección Z. Dado el papel de los poros como inductores del daño, la menor ductilidad del material en la dirección Z se fundamentaría en la geometría adoptada por la red de poros en el plano perpendicular a la dirección de prensado cuyo área sería previsiblemente mayor que en cualquiera de las otras dos direcciones.

Tabla 5.1 Resultados de ensayos SP sobre material AES

AES	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
X	1441 ± 55	1970 ± 28	1.18 ± 0.02
Y	1442 ± 42	2071 ± 64	1.26 ± 0.01
Z_s	1423 ± 31	2018 ± 36	1.02 ± 0.04
Z_m	1457 ± 72	2063 ± 19	1.29 ± 0.03
Z_i	1474 ± 81	2061 ± 107	1.14 ± 0.06

**Tabla 5. 2** Resultados de los ensayos SP sobre material AER

AER	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
X	1400 ± 93	2092 ± 69	1.31 ± 0.02
Y	1427 ± 5	2186 ± 3	1.39 ± 0.06
Z _s	1514 ± 91	2159 ± 139	1.24 ± 0.08
Z _m	1455 ± 13	2087 ± 39	1.20 ± 0.05
Z _i	1518 ± 5	2214 ± 5	1.23 ± 0.02

Por su parte, si comparamos el comportamiento de ambos materiales, observamos que el ensayo SP es capaz de percibir el ligero incremento de ductilidad y de resistencia que el material AE mostraba si tras el sinterizado se sometía a un proceso de revenido.

Material HP

Las figuras 5.7 y 5.8, muestran, a modo de comparación, algunas de las curvas SPT obtenidas tras el ensayo de las probetas procedentes de los materiales HPS y HPR respectivamente. En cada una de las figuras se han incluido curvas de ensayo de probetas extraídas en las distintas direcciones (X, Y y Z) y en distintas posiciones respecto al espesor Z de la muestra B (Z_i, Z_m y Z_s).

Por su parte las Tabla 5. 3 y 5.4 recogen los valores medios y la desviación estándar de los distintos parámetros SP característicos de ambos materiales en las distintas direcciones (X, Y y Z) y en distintas posiciones respecto al espesor Z de la muestra B (Z_i, Z_m y Z_s).

Tabla 5. 3 Resultados de ensayos SP sobre material HPS

HPS	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
X	1516 ± 42	2285 ± 46	0.79 ± 0.01
Y	1587 ± 87	2143 ± 56	0.93 ± 0.02
Z _s	1617 ± 57	2246 ± 29	0.76 ± 0.06
Z _m	1474 ± 136	1904 ± 105	0.89 ± 0.01
Z _i	1555 ± 99	2057 ± 33	0.93 ± 0.07

Tabla 5. 4 Resultados del ensayo SPT del material HP revenido

HPR	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
X	1697 ± 80	2345 ± 129	0.99 ± 0.04
Y	1532 ± 55	2059 ± 93	0.88 ± 0.04
Z _s	1825 ± 10	2499 ± 31	0.93 ± 0.05
Z _m	1252 ± 3	1651 ± 33	0.96 ± 0.01
Z _i	1202 ± 84	1662 ± 7	0.96 ± 0.00



A la vista de los resultados obtenidos con estos materiales, parece necesario realizar varias apreciaciones.

En el caso del material sinterizado (tabla 5.3) únicamente las probetas obtenidas en la zona central de la muestra (Zm) muestran parámetros resistentes significativamente más bajos que en las zonas superior e inferior de la muestra, aunque esta diferencia no llega a ser muy elevada y no parece repetirse en el resto de las propiedades.

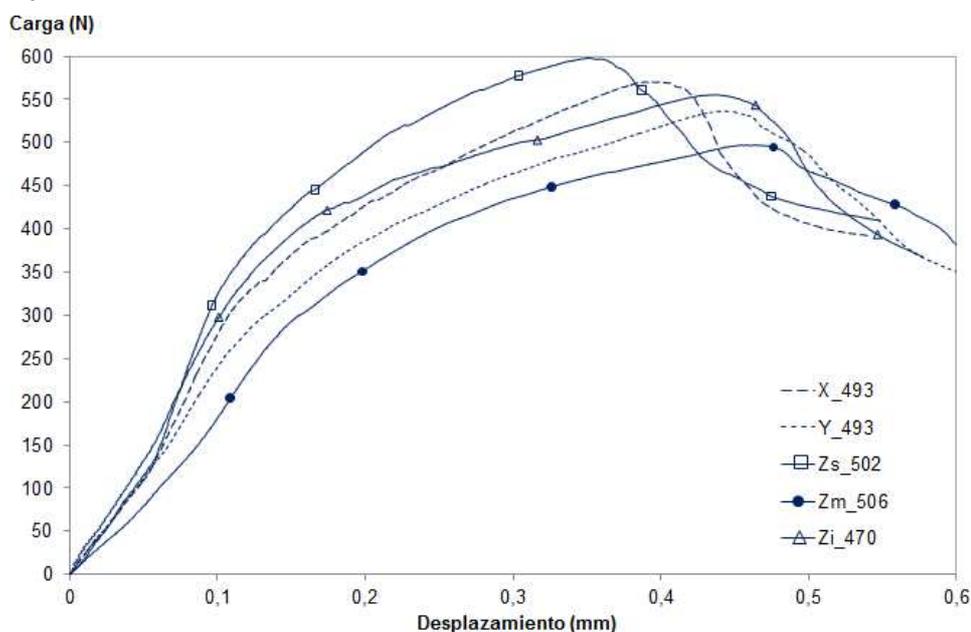


Fig. 5.7 Curvas representativas de los ensayos SP del material HPS en diferentes direcciones y posiciones respecto al espesor de la muestra

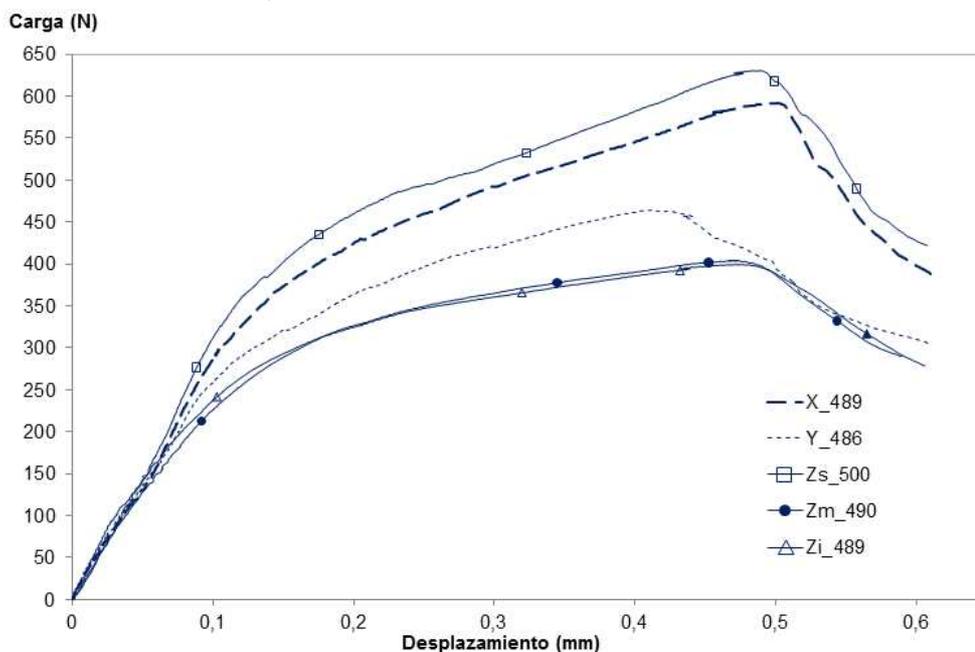


Fig. 5.8 Curvas representativas de los ensayos SP del material HPR en diferentes direcciones y posiciones respecto al espesor de la muestra



Esta merma de propiedades resistentes en la zona media de la muestra se incrementa de modo notable en el caso del material HPR (tabla 5.4 y figura 5.8). Ahora, tanto la zona central de la muestra (Z_m) como la zona en contacto con la bandeja del horno (Z_i) presentan unos parámetros P_y/t^2 y P_{max}/t^2 un 30% inferiores a los correspondientes a la zona superior de la muestra (Z_s). Recuérdese que este mismo comportamiento ya se había advertido en las propiedades mecánicas a tracción (tabla 4.7), y había sido justificado en base a las diferencias de microestructura y porosidad presentes en unas zonas y otras.

Son precisamente estas diferencias de microestructura y porosidad entre unas zonas y otras las que enmascararían el posible efecto de la orientación de las probetas en estos materiales.

Material CrM

Los valores medios así como la desviación estándar de los distintos parámetros obtenidos tras los ensayos SP de los materiales CrMS y CrMR se recogen en las tablas 5.5 y 5.6 respectivamente.

Tabla 5.5 Resultados del ensayo SPT del material CrM sinterizado

CrMS	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
X	1561± 60	2034 ± 53	0.60± 0.04
Y	1706± 108	2013± 148	0.55 ± 0.01
Z_s	1777 ± 43	2289± 96	0.68± 0.02
Z_m	1872 ± 104	2194 ± 34	0.63 ± 0.04
Z_i	1832 ± 148	2162 ± 62	0.65 ± 0.02

Tabla 5.6 Resultados del ensayo SPT del material CrM revenido

CrMR	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
X	1525 ± 56	1960± 122	0.56 ± 0.02
Y	1585 ± 9	1867 ± 38	0.55 ± 0.01
Z_s	1832 ± 148	2162 ± 62	0.65 ± 0.02
Z_m	1850 ± 41	2099 ± 76	0.62 ± 0.04
Z_i	1741 ± 52	1984 ± 78	0.64 ± 0.02

Por su parte las figuras 5.9 y 5.10, muestran, a modo de comparación, algunas de las curvas SPT obtenidas tras el ensayo de las probetas procedentes de los materiales CrMS y CrMR respectivamente.

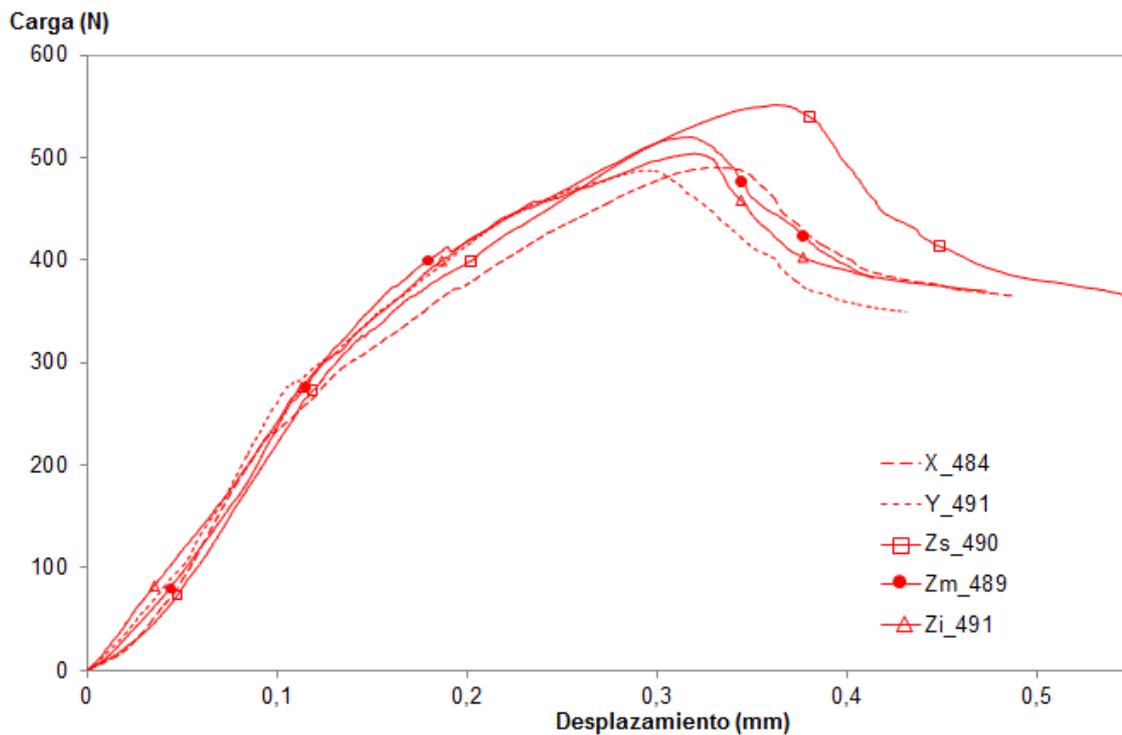


Fig. 5.9 Curvas representativas de los ensayos SP del material CrMS en diferentes direcciones y posiciones respecto al espesor de la muestra

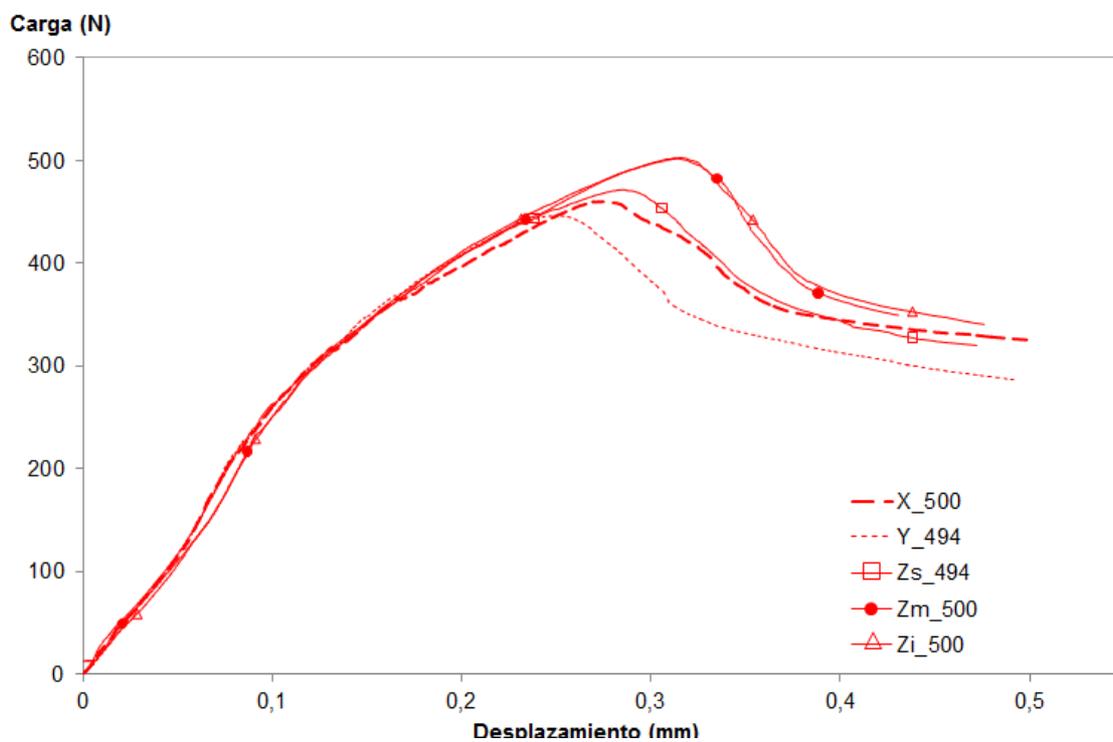


Fig. 5.10 Curvas representativas de los ensayos SP del material CrMR en diferentes direcciones y posiciones respecto al espesor de la muestra



A la vista de los resultados, las propiedades mecánicas de los materiales fabricados a partir de los polvos CrM no muestran diferencias significativas en función de la posición de la probeta respecto al espesor de la muestra ni en cuanto a la dirección de extracción de las mismas.

5.3 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Tras la presentación de los resultados obtenidos con el ensayo Small Punch, la aplicabilidad de este tipo de ensayo en la caracterización mecánica de los materiales analizados queda fuera de toda duda. Un simple vistazo a las curvas SPT características de estos materiales (figura 5.11) basta para advertir su similitud con las correspondientes a los ensayos de tracción (figuras 4.21, 4.22 y 4.23).

Al igual que ocurría en el caso de las curvas de tracción, los materiales AE son los que presenta un comportamiento más homogéneo sea cual sea la dirección de extracción de la probeta SPT y, en cualquiera de los casos, son los materiales que presentan una mayor ductilidad.

Los materiales procedentes de polvos HP, que en cualquier caso tienen una ductilidad intermedia respecto a los procedentes de los otros dos tipos de polvos, presentan sin embargo, una gran variación en carga máxima en función de donde proceda la probeta. Así, las probetas extraídas en dirección X e Y son mucho más resistentes que las procedentes de la dirección Z_m. Esto puede ser achacable a la mayor porosidad de esta zona. Si al efecto de la porosidad, unimos el menor porcentaje en carbono que mostraban las zonas i y m, el resultado es la fuerte bajada que experimenta la curva SPT de este material correspondiente a la probeta Z_m.

Por último, las probetas procedentes del material CrM, no parecen mostrar, al igual que ocurría con los ensayos de tracción, una excesiva sensibilidad respecto a la zona o dirección de extracción de las mismas.

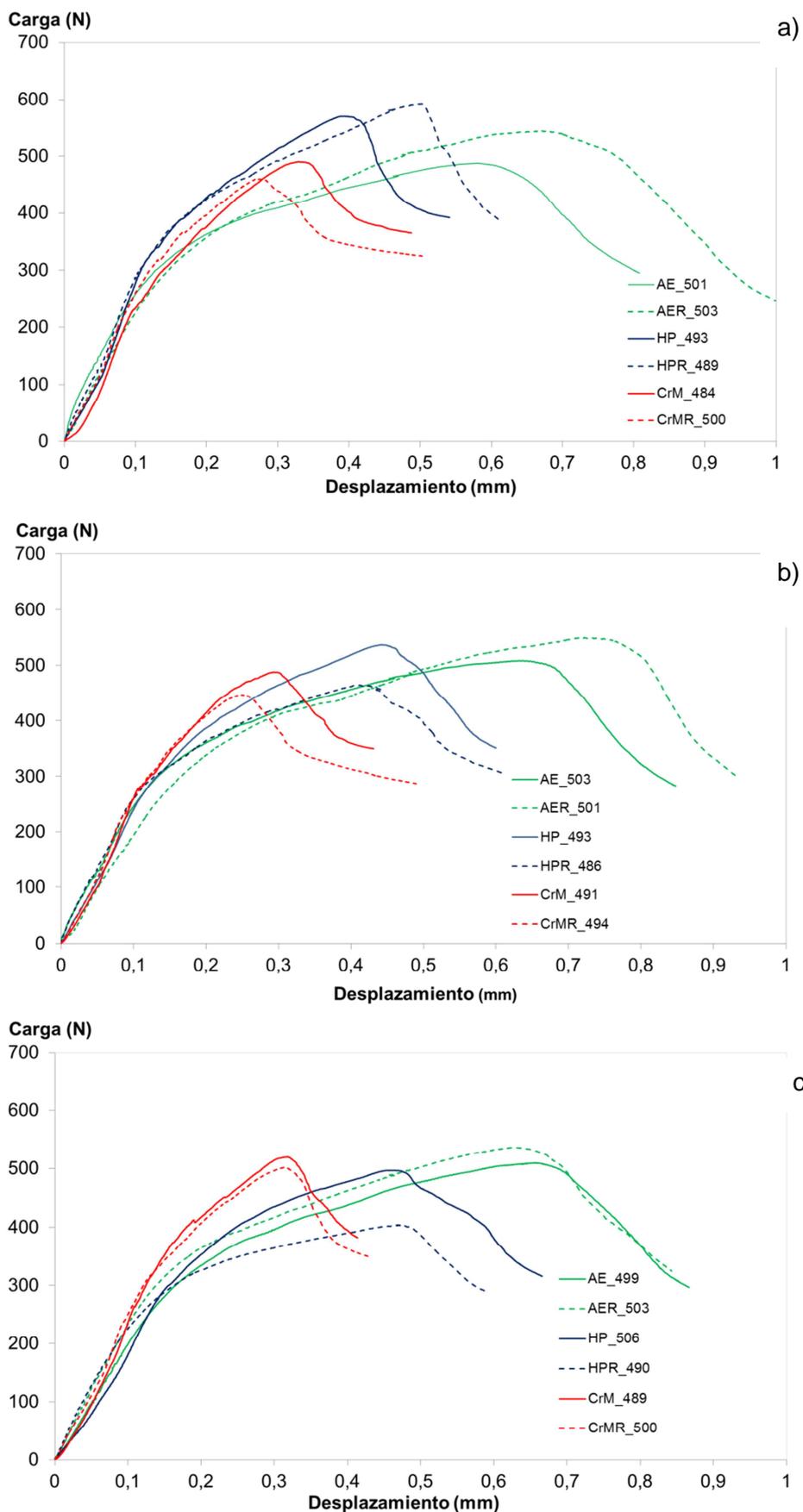


Fig. 5.11 Curvas SPT representativas de los diferentes materiales obtenidas a partir de probetas: a) X, b) Y, c) Zm,



5.3.1 Relación entre los parámetros SPT y los característicos a tracción

Advertida la similitud entre el comportamiento mecánico a tracción y el observado a través de los ensayos Small Punch para los materiales estudiados, cabe plantear la posible correlación entre los parámetros característicos de ambos ensayos como ocurre con otros tipos de materiales [131] [132]

Obviamente, y dada la gran influencia que tanto la microestructura como la porosidad muestran en el comportamiento mecánico de estos materiales, las correlaciones se realizarán utilizando los resultados provenientes de probetas extraídas del mismo tipo de muestra, es decir, se utilizarán los resultados de tracción de las probetas BT, que habían sido extraídas de las mismas muestras que las probetas SP (muestras tipo B). Por esta misma razón, los parámetros SPT utilizados serán los correspondientes a probetas que hayan sido extraídas en una posición semejante a las probetas de tracción (BT) respecto al espesor de la muestra, es decir, se utilizarán los resultados correspondientes a las probetas tipo Z.

La figura 5.12 muestra, gráficamente, la relación existente entre los parámetros P_y/t^2 y el límite elástico a tracción de los distintos materiales. La correlación que mejor ajusta estos resultados es de tipo lineal y no pasa por el origen (línea continua de la figura 5.12):

$$\sigma_y = 0.5077 \left(\frac{P_y}{t^2} \right) - 281.3, R^2 = 0.7425 \quad (5.1)$$

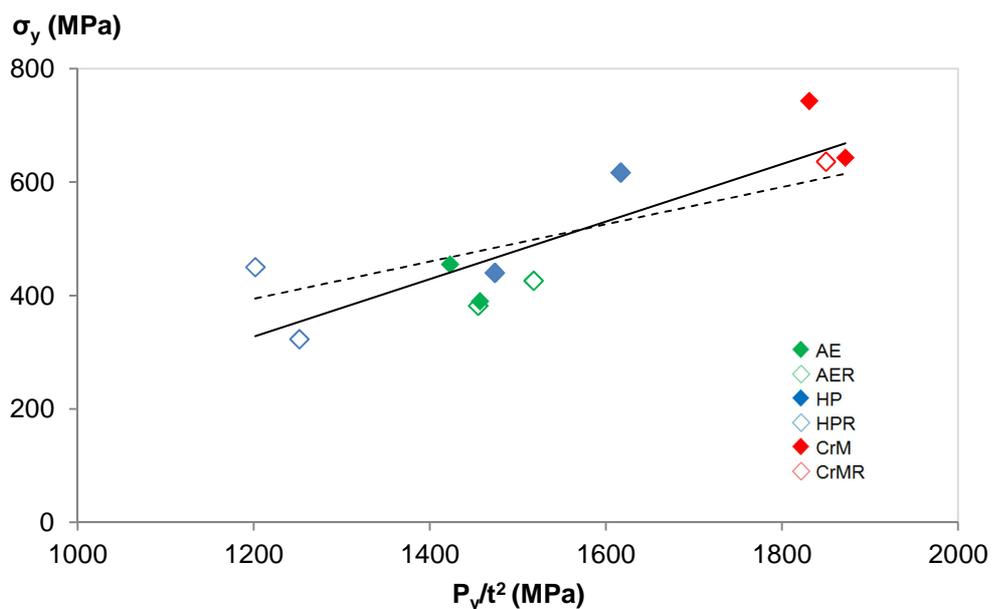


Fig. 5.12 Relación entre parámetro P_y/t^2 y el límite elástico de los aceros estudiados.



El coeficiente de regresión empeora mucho si se hace pasar la línea de ajuste por el origen (línea a trazos en la figura 5.10):

$$\sigma_y = 0.3284 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) \quad R^2 = 0.6481 \quad (5.2)$$

Aunque estos coeficientes de regresión no son muy elevados si se los compara con los obtenidos en otros tipos de materiales [133] sí que resultan ser muy prometedores teniendo en cuenta la gran variabilidad de resultados típica del tipo de aceros analizados [134] y que es palpable en las propias características a tracción (capítulo 4. Apartado 4.1) debido a la influencia de la microestructura y de la porosidad. Así, si únicamente tuviéramos en cuenta los resultados obtenidos en la zona central de las muestras respecto al espesor donde la variabilidad de resultados era menor (tablas 4.3 y 4.4), las correlaciones obtenidas mejoran sensiblemente (figura 5.13):

$$\sigma_y = 0.549 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) - 387.3 \quad R^2 = 0.9755 \quad (5.3)$$

$$\sigma_y = 0.3097 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) \quad R^2 = 0.7801 \quad (5.4)$$

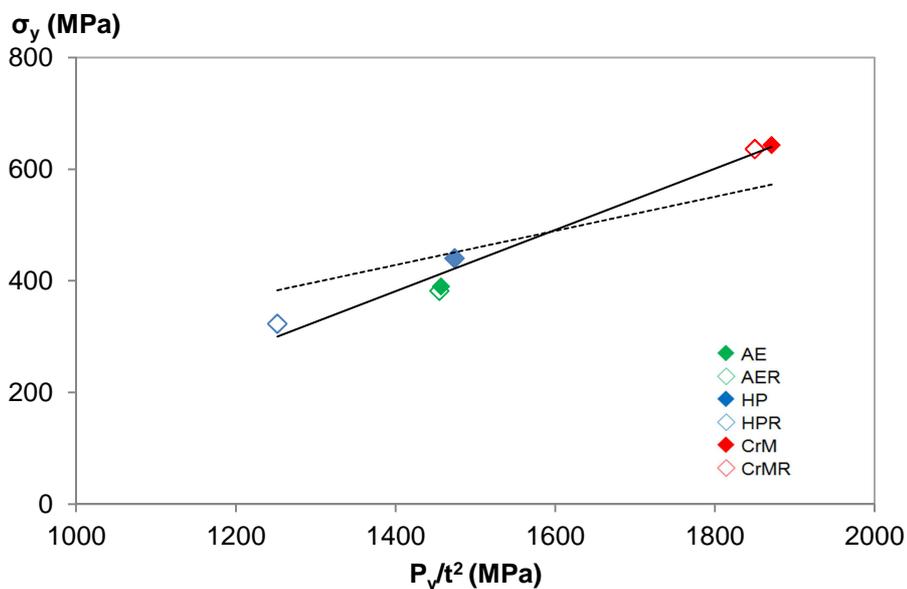


Fig. 5.13 Relación entre parámetro P_y/t^2 y el límite elástico de los aceros obtenidos de las probetas extraídas del nivel m de las muestras B .

Estas correlaciones resultan aún más prometedoras si las comparamos con los obtenidos por Garcia et al [10] para distintos tipos de materiales metálicos. En la figura 5.14 se comparan estos resultados con los obtenidos por otros autores con distintos tipos de aleaciones metálicas.

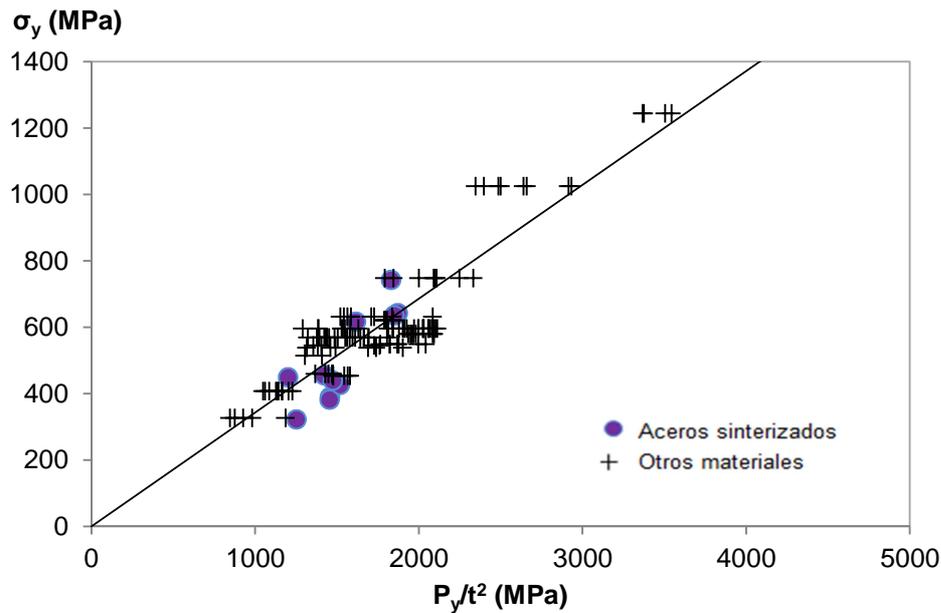


Fig. 5.14 Relación entre parámetro P_y / t^2 y el límite elástico de diversos aleaciones metálicas [10] incluidos los materiales objeto de estudio.

La figura 5.14 refleja como los aceros sinterizados se ajustan bastante bien a la correlación general propuesta por García el al [10] entre el parámetro P_y/t^2 y el límite elástico de diversos materiales metálicos. Incluyendo nuestros resultados esta correlación sería:

$$\sigma_y = 0.3429 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) \quad , R^2 = 0.7934 \quad (5.5)$$

Por su parte, en la figura 5.15 se ha presentado la relación entre la resistencia a tracción σ_u y el parámetro P_{max}/t^2 obtenidos en este trabajo para los aceros evaluados. Las ecuaciones 5.7 y 5.8 muestran las correlaciones obtenidas:

$$\sigma_u = 0.47 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) - 312.23 \quad R^2 = 0.5821 \quad (5.6)$$

$$\sigma_u = 0.3175 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) \quad R^2 = 0.5202 \quad (5.7)$$

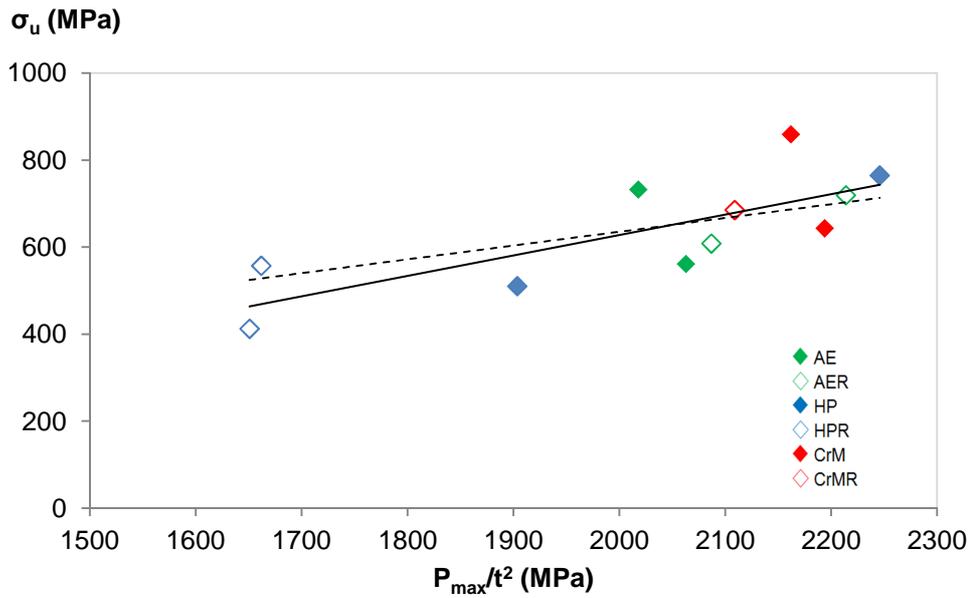


Fig. 5.15 Relación entre parámetro P_{\max}/t^2 y la resistencia a la tracción de los aceros analizados

Puede observarse que la correlación obtenida es muy baja, pero esto también ocurre en otros materiales cuando se analiza la relación entre estos dos parámetros [87] No obstante, y al igual que ocurría anteriormente, el ajuste mejora notablemente cuando la correlación se realiza utilizando únicamente las probetas extraídas en la posición m (figura 5.16):

$$\sigma_u = 0.4704 \cdot \left(\frac{P_{\max}}{t^2}\right) - 371.53 \quad R^2 = 0.8736 \quad (5.8)$$

$$\sigma_u = 0.2862 \cdot \left(\frac{P_{\max}}{t^2}\right) \quad R^2 = 0.7386 \quad (5.9)$$

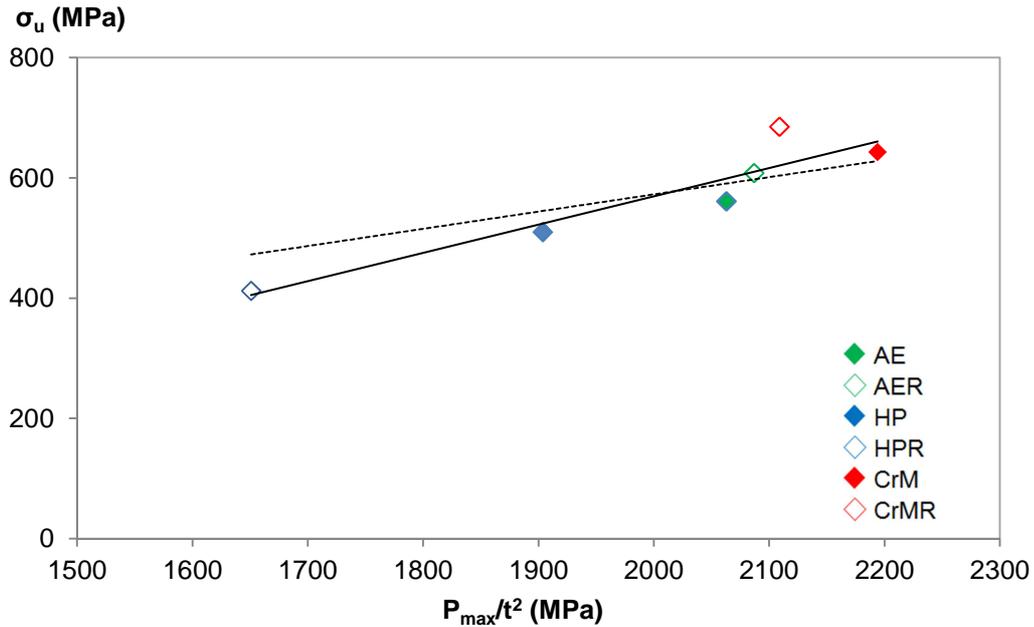


Fig. 5.16 Relación entre parámetro P_{max}/t^2 y la resistencia mecánica de los aceros obtenidos de las probetas extraídas del nivel m de las muestras B .

En virtud de lo señalado por algunos autores , en cuanto a que el parámetro SPT que mejor estima la resistencia mecánica a tracción de un gran número de materiales metálicos es $P_{max}/(t \cdot d_{max})$. La figura 5.17 y la figura 5.18 recogen dicha relación para los aceros analizados, la primera para todos los materiales y la segunda para el caso del nivel m . Como puede observarse, en el caso de los aceros analizados, la correlación obtenida entre ambos parámetros es mucho peor que la obtenida anteriormente, siendo las ecuaciones (5.11) y (5.12) las correlaciones para todos los aceros y las ecuaciones (5.13) y (5.14) las ecuaciones de correlación para los materiales obtenidos del nivel m de la dirección Z .

$$\sigma_u = 0.1017 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) + 402.21 \quad R^2 = 0.3669 \quad (5.10)$$

$$\sigma_u = 0.2581 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) \quad R^2 = -0.583 \quad (5.11)$$

$$\sigma_u = 0.0801 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) + 382.66 \quad R^2 = 0.4826 \quad (5.12)$$

$$\sigma_u = 0.2274 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) \quad R^2 = -1.34 \quad (5.13)$$

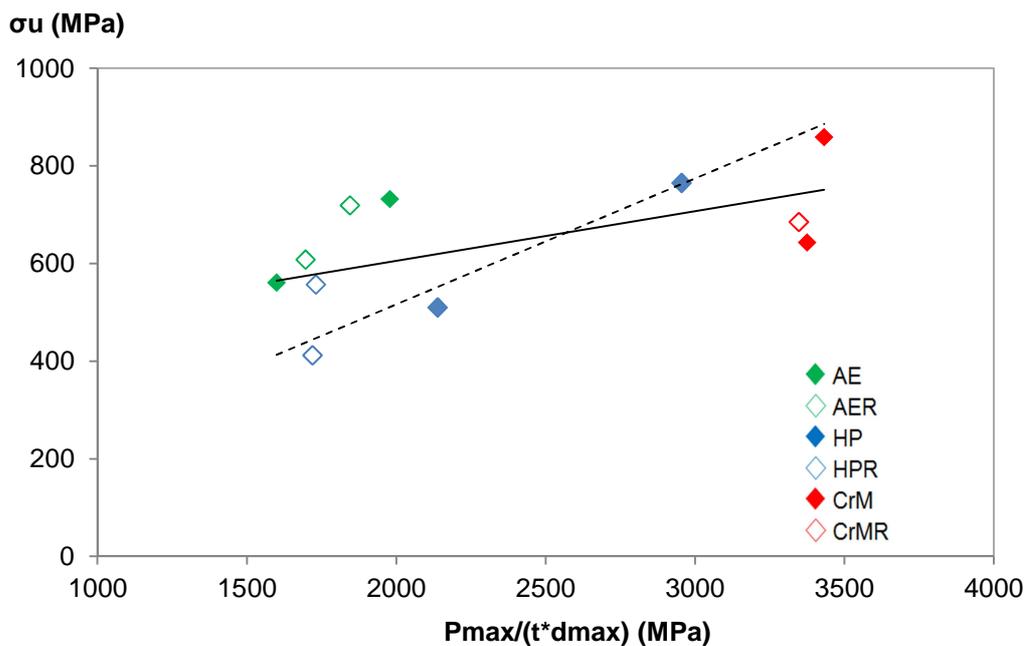


Fig. 5.17 Relación entre parámetro $P_{max}/(t \cdot d_{max})$ y la resistencia a la tracción de los aceros analizados

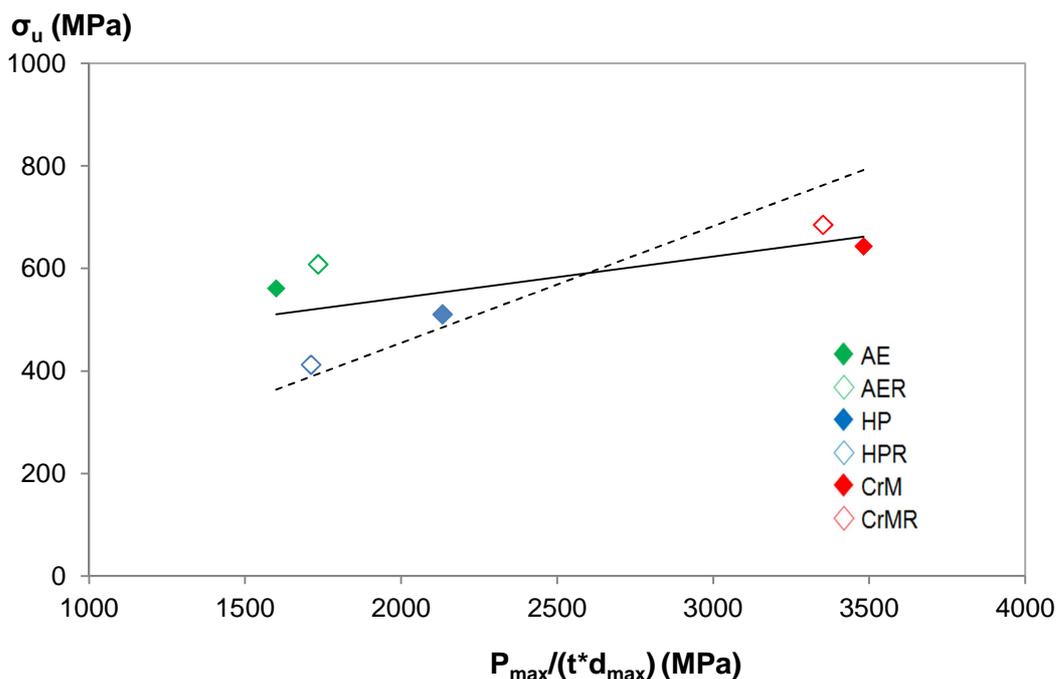


Fig. 5.18 Relación entre parámetro $P_{max}/(t \cdot d_{max})$ y la resistencia mecánica de los aceros obtenidos de las probetas extraídas del nivel m de las muestras B .

El hecho de que estos materiales no se ajusten a esta correlación puede explicarse en virtud de la gran diferencia exhibida entre las curvas carga-desplazamiento obtenidas para los materiales analizados y el resto de aceros convencionales (figura 5.1) sobre todo en cuanto al punto de carga máxima se refiere.



Además, dado que si el parámetro utilizado en el ajuste es P_{max}/t la correlación mejora (figura 5.19), pero no llega a igualar a la obtenida con P_{max}/t^2 , parece que éste último parámetro es el que deberíamos utilizar como el más conveniente para estos materiales.

$$\sigma_u = 0.9156 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) - 340.14 \quad R^2 = 0.8569 \quad ((5.14))$$

$$\sigma_u = 0.5762 \left(\frac{P_{max}}{t}\right) \quad R^2 = 0.7382 \quad (5.15)$$

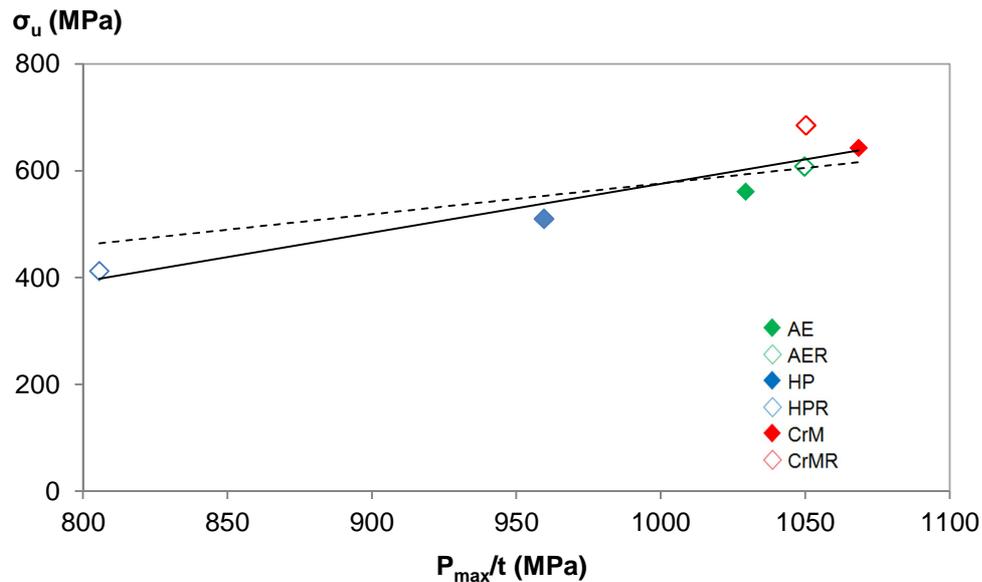


Fig. 5.19 Relación entre parámetro P_{max}/t y la resistencia mecánica de los aceros obtenidos de las probetas extraídas del nivel m de las muestras B .

No obstante, si se comparan los resultados obtenidos en este trabajo con los presentados por otros investigadores con diferentes materiales metálicos se observa que la relación obtenida en este caso es claramente diferente (figura 5.20). La diferencia de comportamiento entre los materiales objeto de estudio y los materiales metálicos analizados por otros investigadores, volvería a ser la explicación a este hecho.

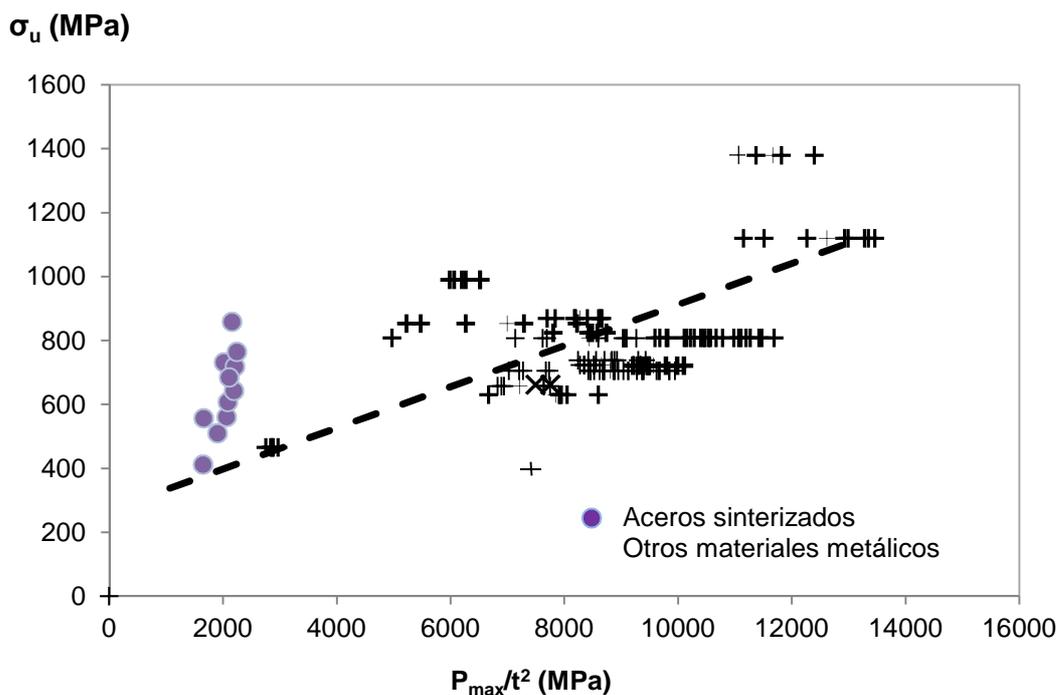


Fig. 5.20 Relación entre parámetro P_{max}/t^2 y la resistencia mecánica de materiales analizados y de otras aleaciones metálicas [[10]

Los materiales utilizados por García et. Al [10] son, en su mayoría, materiales estructurales, caracterizados por exhibir una elevada ductilidad independientemente de su resistencia mecánica. Los aceros aquí utilizados, sin embargo, se caracterizan precisamente por tener una baja ductilidad basada sobre todo en su carácter poroso. De hecho, algunos de los aceros aquí analizados apenas presentan comportamiento plástico durante un ensayo de tracción por lo que su límite elástico prácticamente coincide con su resistencia mecánica. Dado que el ensayo SP es de carácter biaxial, es lógico que estos mismos materiales exhiban un comportamiento más dúctil, aunque ninguno llega a presentar un gran endurecimiento por deformación sobrepasada la Zona I en el ensayo SP (ver figura 5.20) y que el daño se inicie antes de que se alcance la carga máxima (figura 5.20). Esto nos lleva a pensar que no sería la carga máxima la que realmente estaría relacionada con la resistencia mecánica de estos materiales, sino una carga anterior, más cercana a la calculada como P_y . Esta hipótesis aún cobra más fuerza si se comparan las relaciones obtenidas entre P_y/t^2 y σ_y con las correspondientes a P_{max}/t^2 y σ_u . En la figura 5.21 se muestran ambas correlaciones junto con el ajuste obtenido utilizando otras aleaciones metálicas [10]. Como puede observarse, la relación entre ambos tipos de parámetros parece ajustarse a una misma función:

$$\sigma_y = 0.345 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) \pm 160 \quad R^2 = 0.88 \quad (5.16)$$

$$\sigma_u = 0.345 \cdot \left(\frac{P_{max}}{t^2}\right) \pm 160 \quad R^2 = 0.88 \quad (5.17)$$

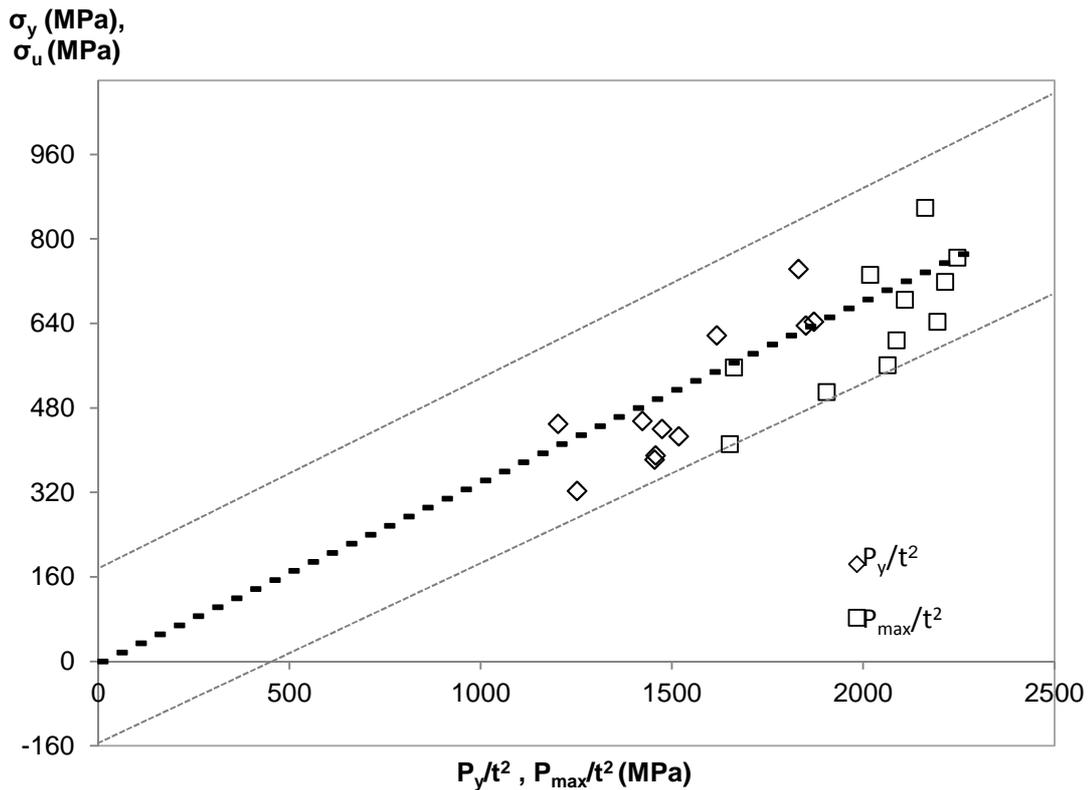


Fig. 5. 21 Relación entre los parámetro P_y/t^2 y P_{max}/t^2 con sus respectivos parámetros a tracción

A la vista de estos resultados cabría preguntarse si, dado el pequeño endurecimiento que sufren estos materiales el valor de la carga que limita la frontera entre la Zona I y la II del ensayo SP habría que buscarlo en un punto más cercano al final de la zona lineal, calculando esa carga como la intersección de una recta paralela a la zona lineal pero desplazada del origen un valor igual a $t/100$ (muy inferior al hasta ahora calculado $t/10$). Las correlaciones obtenidas para el caso de todos los materiales son:

$$\sigma_y = 0.2757 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) + 190.13 \quad R^2 = 0.277 \quad (5.18)$$

$$\sigma_y = 0.4368 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) \quad , \quad R^2 = 0.1782 \quad (5.19)$$

Por su parte las siguientes correlaciones corresponden a este parámetro al nivel m:

$$\sigma_y = 0.3593 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) + 61.861 \quad R^2 = 0.213 \quad (5.20)$$

$$\sigma_y = 0.4129 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2}\right) \quad , \quad R^2 = 0.2081 \quad (5.21)$$

Asimismo, las figuras 5.22 y 5.23 muestran la correlación obtenida cuando se compara el parámetro (P_{y-t100}/t^2) en las diferentes posiciones con el límite elástico de los materiales y la figura 5.20 para las probetas obtenidas del nivel m.

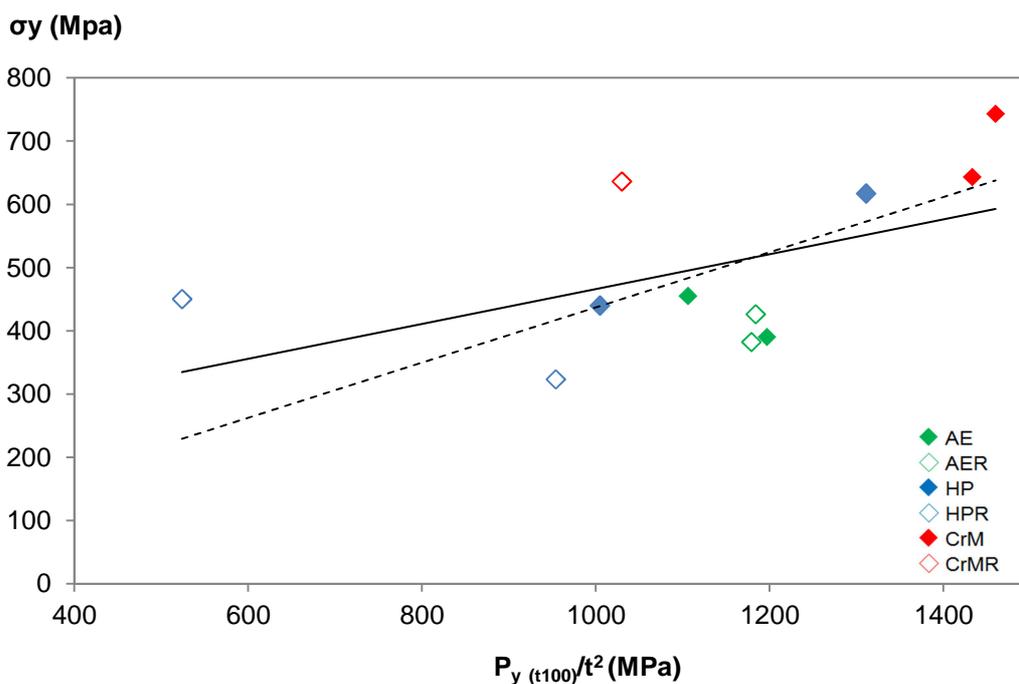


Fig. 5.22 Relación entre parámetro $P_{y,t100}/t^2$ y el límite elástico de los aceros analizados

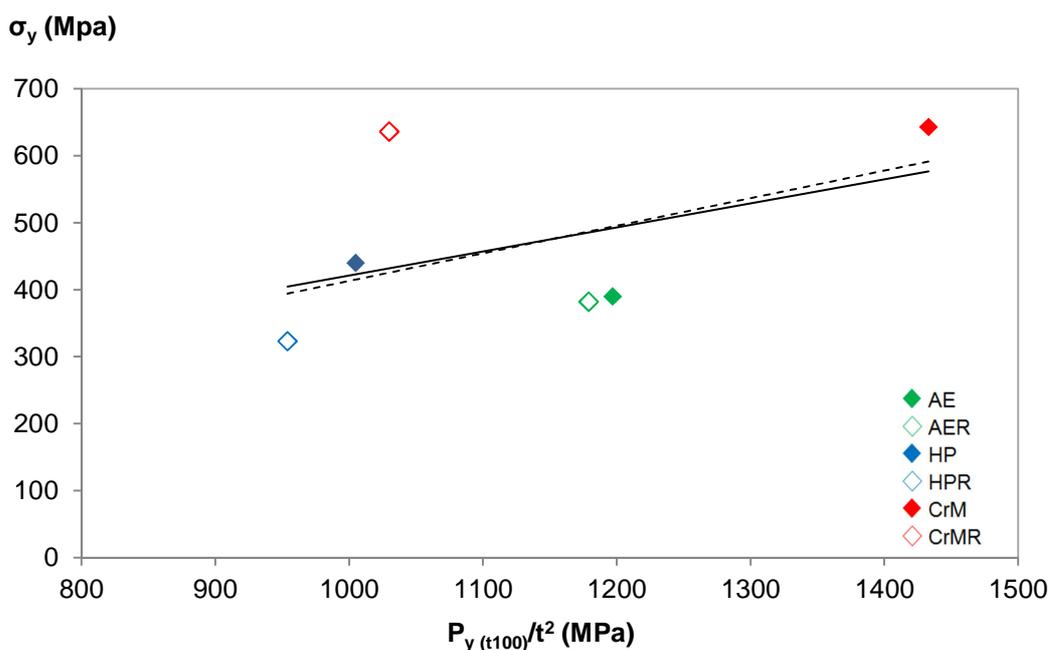


Fig. 5.23 Relación entre parámetro $P_{y,t100}/t^2$ y el límite elástico de los aceros analizados de las probetas extraídas del nivel m de las muestras B .

Observando las figuras 5.22 y 5.23 se puede determinar que usando ese parámetro, la correlación es peor que todos los casos anteriores.

Pasando ya a los parámetros dúctiles, en la figura 5.22 se muestra la relación entre el alargamiento a rotura obtenido en el ensayo de tracción y el parámetro d_{max}/t obtenido en el ensayo SP:



$$A (\%) = 2.7066 \left(\frac{d_{\max}}{t} \right) - 1.6171 \quad R^2 = 0.7635 \quad (5.22)$$

$$A (\%) = 1.07 \left(\frac{d_{\max}}{t} \right) \quad R^2 = 0.4677 \quad (5.23)$$

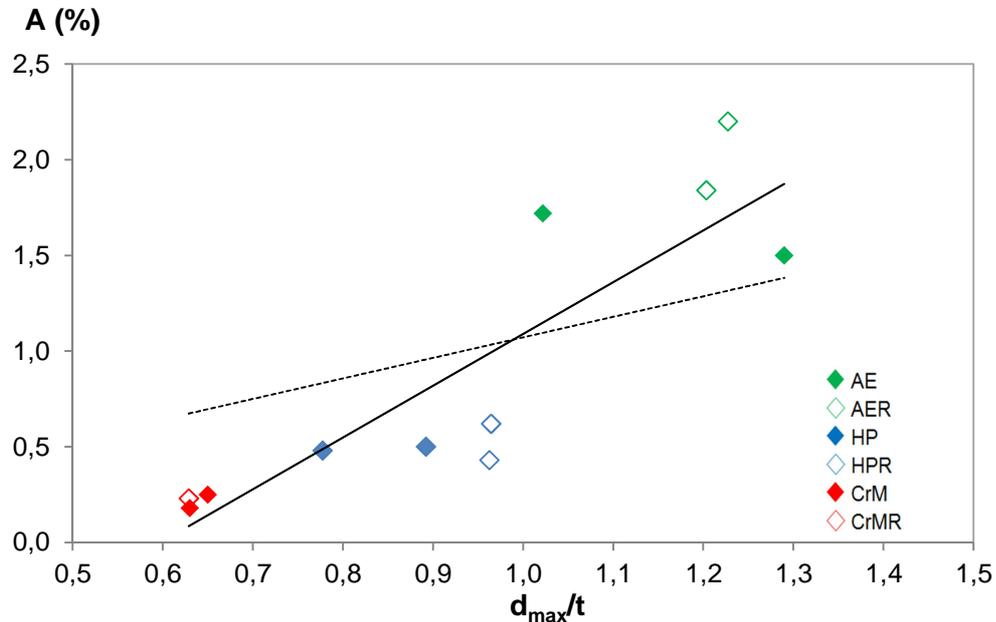


Fig. 5.24 Relación entre parámetro d_{\max}/t y el alargamiento a tracción de los aceros analizados

La correlación obtenida, es mucho mejor que las obtenidas con otros tipos de materiales metálicos [87] , y además mejora aún más si utilizamos únicamente los resultados provenientes de las probetas obtenidas en la zona *m* (figura 5.25):

$$A (\%) = 2.5246 \left(\frac{d_{\max}}{t} \right) - 1.5103 \quad R^2 = 0.9587 \quad (5.24)$$

$$A (\%) = 0.957 \left(\frac{d_{\max}}{t} \right) \quad R^2 = 0.5646 \quad (5.25)$$

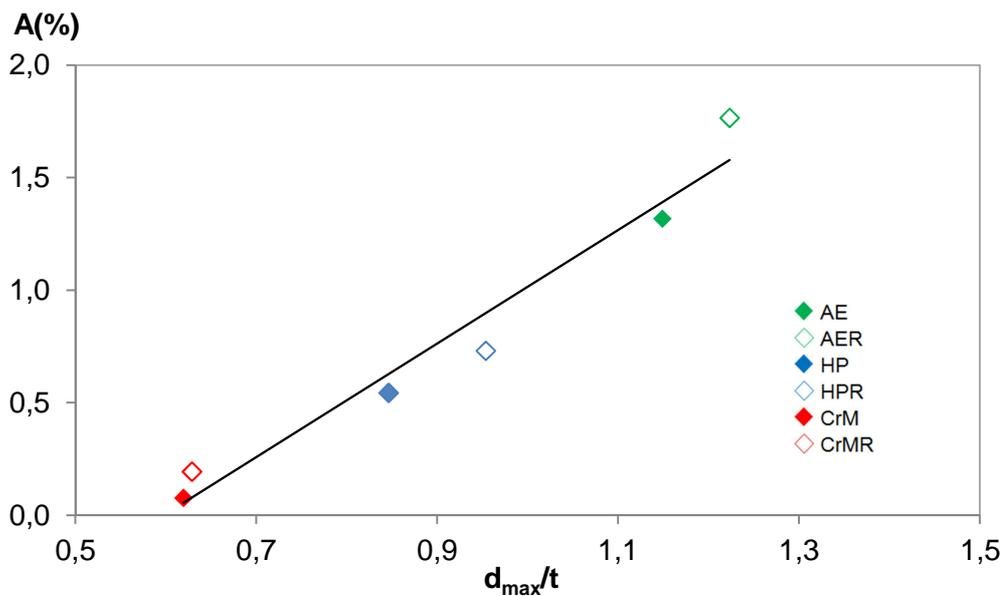


Fig. 5.25 Relación entre parámetro d_{max}/t y el alargamiento a tracción de los aceros obtenidos de las probetas extraídas del nivel m de las muestras B .

La figura 5.26 muestra estos resultados junto con los obtenidos por otros autores con distintos tipos de aleaciones metálicas. El hecho de que los materiales aquí analizados muestren un comportamiento a rotura muy diferente al exhibido por las aleaciones metálicas normalmente analizadas, volvería a fundamentar que en ese caso la correlación entre el parámetro d_{max}/t y el alargamiento a rotura funciona.

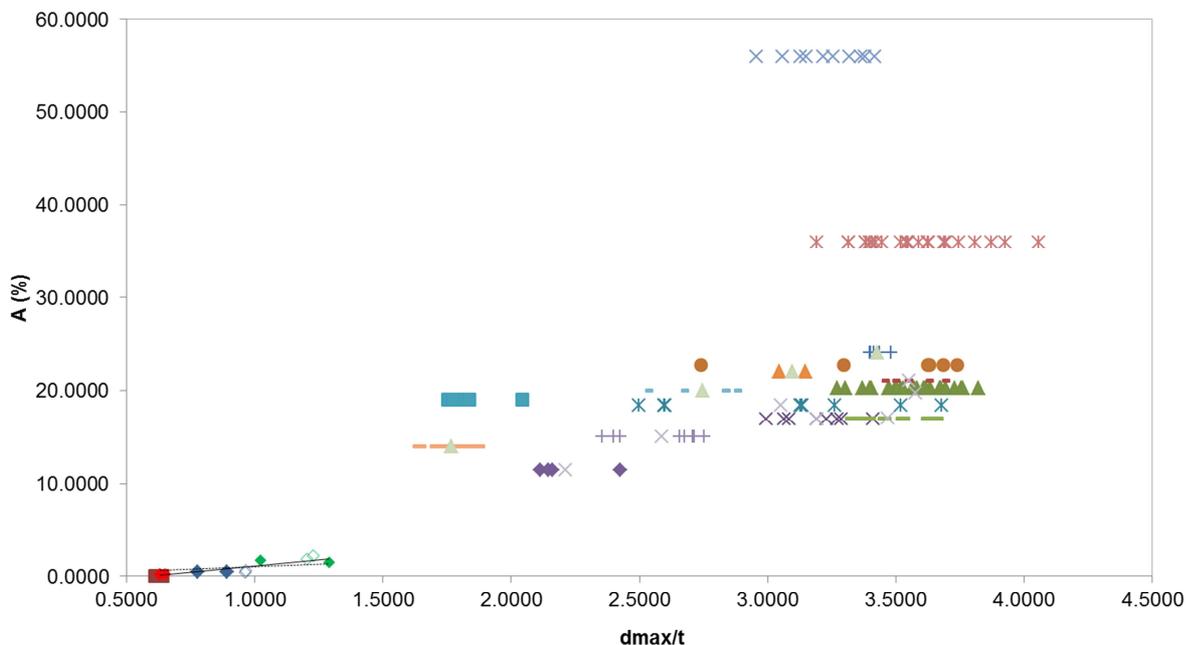


Fig. 5.26 Relación entre parámetro d_{max}/t y el alargamiento a tracción de los materiales analizados junto con otras aleaciones metálicas



6. APLICACIÓN DEL SPT A CUBOS SINCRONIZADORES



CAPÍTULO 6

APLICACIÓN DEL SPT A CUBOS SINCRONIZADORES

Como ya se comentó anteriormente, la utilización de técnicas pulvimetalúrgicas en la fabricación de componentes permite la obtención de geometrías complejas con costes relativamente bajos en comparación con otras tecnologías [1]. Sin embargo, la principal desventaja que presenta esta técnica consiste en la dificultad que supone la obtención de las propiedades mecánicas de los productos, propiedades que además se van a ver muy afectadas por variables ligadas al proceso de fabricación (ej. microestructura y porosidad) y a la geometría de la pieza. Parece pues obvia la ventaja que supondría la utilización de un ensayo que permitiese la obtención de las propiedades mecánicas de dichos productos.

Demostrada la aplicabilidad del ensayo SP en la caracterización mecánica de productos sinterizados, en este capítulo se abordará la posibilidad de aplicar dicho ensayo en la determinación de las propiedades mecánicas de cubos sincronizadores.

Para ello se abordará en primer lugar la caracterización convencional de estos elementos mecánicos, entendiendo ésta como el conjunto de pruebas que suelen realizarse de manera habitual en el control de calidad realizado durante la producción en serie de los sincronizadores. Los resultados de estas pruebas sirven al fabricante para poder estimar el comportamiento mecánico de éstos elementos a través de la utilización de una serie de tablas proporcionadas por el fabricante de polvos.

En una segunda parte del capítulo, y tras aplicar el ensayo SP a probetas obtenidas de las distintas zonas características de los cubos sincronizadores, se analizan y discuten los resultados obtenidos. Por último, utilizando las correlaciones obtenidas en el capítulo anterior, se estimarán las propiedades mecánicas a tracción a partir de los parámetros SPT.



6.1 PROPIEDADES CONVENCIONALES

El control de calidad realizado en un proceso de fabricación real de los cubos sincronizadores consiste en la realización, sobre piezas elegidas al azar, de una serie de ensayos que permitan determinar, básicamente, tres propiedades: la densidad, el contenido en carbono y la dureza.

Dado que los procedimientos experimentales para la obtención de estas propiedades ya han sido descritos en el capítulo 3, a continuación se describirán y discutirán los resultados obtenidos para cada tipo de material y proceso de fabricación.

6.1.1 Densidad

Uno de los pasos fundamentales durante el proceso de fabricación de los cubos sincronizadores, como ya se explicó en el *Capítulo 2 Antecedentes*, es conseguir que la densidad de prensado sea lo más uniforme posible en todas las zonas de la pieza. Por esta razón, la densidad en verde obtenida tras el proceso de prensado se mide, no sólo en cada columna de prensado (normalmente diente, radio y cubo en caso de que sean tres punzones diferentes los que hagan las diferentes columnas) sino también en tres sectores distintos de la pieza (figura 6.1).

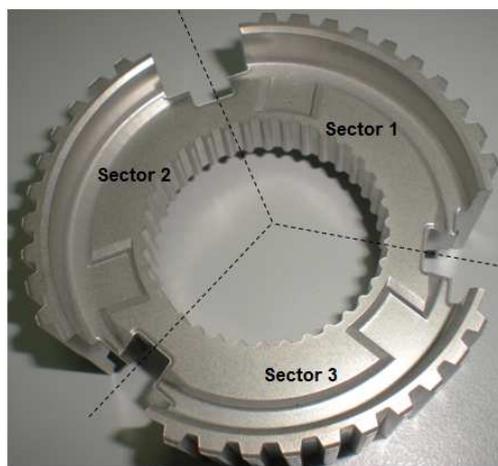


Fig. 6.1 Sectores en los que se divide la pieza al objeto de analizar la uniformidad de propiedades

La Tabla 6. 1 recoge los valores de la densidad de verde de los cubos en función del polvo de partida, obtenidos en las diferentes zonas del cubo y en los tres sectores en los que se divide el mismo. Como puede observarse, la densidad en verde obtenida en los tres sectores se acerca mucho a la de referencia (7.00 g/cm^3) y es bastante homogénea para cada una de las columnas de prensado (cubo, radio y diente).

Tabla 6. 1 Densidades en verde en las diferentes columnas y sectores de las piezas para los tres tipos de polvos de partida tras cada uno de los pasos de prensado: primer prensado (1P) y segundo prensado (2P)

g/cm ³	sector	AE		HP		CrM
		1P	2P	1P	2P	1P
Cubo	1	7.05	7.27(+0.22)	6.97	7.10(+0.13)	6.97
	2	7.03	7.30(+0.27)	6.98	7.10(+0.12)	6.98
	3	7.03	7.29(+0.26)	6.98	7.11(+0.13)	6.98
Radio	1	-	-	7.06	-	7.06
	2	-	-	7.07	-	7.07
	3	-	-	7.06	-	7.06
Diente	1	6.96	7.19(+0.23)	6.86	7.08(+0.25)	6.86
	2	6.93	7.16 (+0.23)	6.85	7.06(+0.26)	6.85
	3	6.95	7.17(+0.22)	6.86	7.08(+0.28)	6.86

Dado que los cubos fabricados a partir de los polvos AE y HP se someten a un segundo prensado, durante el arranque de la producción se mide la densidad tras este nuevo paso de proceso. En este caso las medidas únicamente se realizan en la zona del cubo y de los dientes, debido a que el utillaje utilizado en este segundo prensado está formado únicamente por dos punzones superiores y dos inferiores. La tabla 6.1 también recoge los resultados de estas medidas junto con el incremento de densidad obtenido en este paso respecto al anterior.

Estos resultados muestran como los cubos fabricados a partir de polvos AE alcanzan unos valores de densidad superiores a los valores de densidad obtenidos por los cubos fabricados a partir de HP. El aumento de densidad en los cubos fabricados a partir de AE es bastante uniforme en las diferentes columnas de la pieza, oscilando alrededor de 0.23 g/cm³. Sin embargo, en el caso de los cubos fabricados a partir de polvo HP la densidad alcanzada en los dientes supera a la obtenida en el cubo en más de 0.1 g/ cm³.

Si se comparan estos resultados con los obtenidos en las muestras T y B (tabla 4.2) se advierte que las piezas fabricadas a partir de material AE muestran una densidad significativamente mayor (sobre todo en la zona del cubo) que en los otros tipos de muestra. En el caso de las piezas fabricadas a partir de polvos HP y CrM las diferencias no son tan notables, pudiendo decirse incluso que las piezas de CrM muestran una densidad ligeramente inferior a la que mostraban las muestras tipo B.



6.1.2 Contenido de carbono

Otro de los controles que se realizan durante la producción industrial de estos componentes es la variación del contenido en carbono de la pieza tras los procesos de sinterizado y/o revenido. Esta es una manera indirecta de asegurar que los hornos, y más concretamente sus atmósferas, están trabajando correctamente.

Como ya se describió en el capítulo 3, tras el prensado, todas las piezas fueron sometidas a un proceso de sinterizado. Además, la mitad de las piezas de cada tipo de polvo fueron sometidas a un tratamiento térmico de revenido. La tabla 6.2 refleja el contenido de carbono de cada una de las piezas analizadas en la zona en contacto con la bandeja del horno (cara i) así como en la cara más alejada de la bandeja (cara s) y en una zona intermedia (diente). En esta misma tabla, entre paréntesis, se muestra la diferencia entre el contenido de carbono final y el contenido de carbono de la mezcla de polvo de partida.

Tabla 6. 2 % en peso de carbono en distintas zonas de las piezas

%	Cara s	Cara i	Diente
AE	0.61 (+0.11)	0.58 (+0.08)	0.67 (+0.17)
AER	0.59 (+0.09)	0.63 (+0.13)	0.58 (+0.08)
HP	0.63 (+0.03)	0.58 (-0.02)	0.60 (+0.00)
HPR	0.60 (+0.00)	0.63 (+0.03)	0.66 (+0.06)
CrM	0.42 (-0.03)	0.48 (-0.02)	0.53 (+0.08)
CrMR	0.43 (-0.02)	0.48 (-0.02)	0.50 (+0.05)

A la vista de estos resultados y aunque las variaciones observadas no llegan a ser muy grandes, lo más destacable puede ser que el material AE tanto tras el sinterizado como tras el revenido, ha sufrido una carburación. Esto mismo ya ocurría en las muestras tipo T y B de este material (tabla 4.1).

En el caso del material HP no hay grandes variaciones, y en todo caso son más bien ganancia de carbono, en contraste con lo que sucedía con las muestras T y B de este mismo material que mostraban una fuerte descarburación sobre todo en la zona en contacto con la bandeja del horno. Dado que las diferentes muestras fueron tratadas al mismo tiempo, la explicación a que en el caso de las piezas no haya descarburación puede deberse a que su superficie de contacto con la bandeja del horno es mucho menor [109].

Por último, los cubos fabricados con CrM al sinterizarse en una atmósfera N_2/H_2 tampoco han sufrido grandes variaciones de contenido en carbono respecto al porcentaje inicial de la materia prima.

6.1.3 Dureza

El último control realizado durante el proceso de producción de las piezas es la dureza, ya que es una de las especificaciones indicadas en el plano de cliente. Aunque los valores de resistencia de estos materiales no solo dependen de la microestructura del material sino también de su porosidad, los valores de dureza permiten al menos estimar para rangos de porosidad similares, la resistencia mecánica de estos materiales.

Tabla 6.3 Resultados de dureza HB2.5/187.5

Material	CARA s	CARA i
AE	310 ± 11	306 ± 19
AER	312 ± 24	292 ± 20
HP	413 ± 20	379 ± 13
HPR	346 ± 8	316 ± 7
CrM	438 ± 47	431 ± 21
CrMR	396 ± 31	402 ± 40

La tabla 6.3 recoge los valores medios de dureza HB2.5/187.5 obtenidos en las caras i y s de los cubos de los cubos sincronizadores fabricados con cada uno de los materiales. Como ya ocurría con los otros tipos de muestra, los cubos sincronizadores que presentan una mayor dureza, son los fabricados a partir de la materia prima CrM, mientras que los fabricados con la materia prima AE son los más blandos. Por su parte, y como suele ser habitual [135] [66] el proceso de revenido provoca, por lo general, un descenso de la dureza en todos los casos.

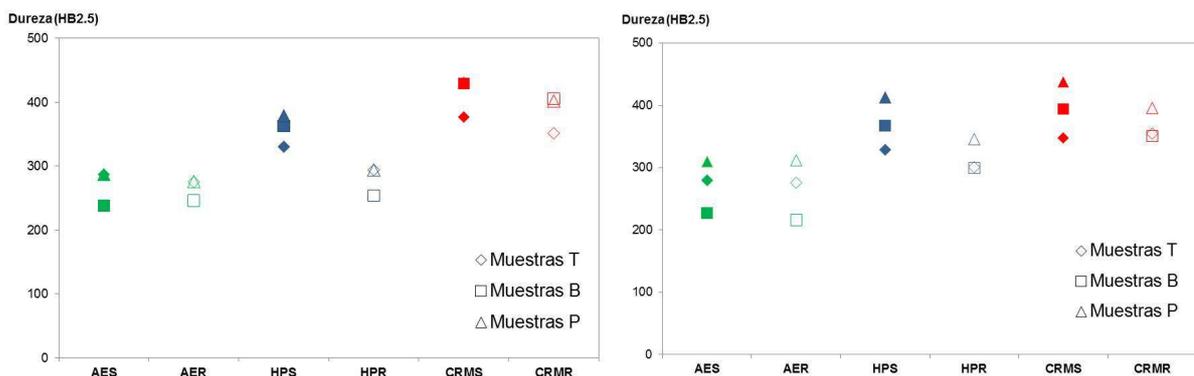


Fig. 6.2 Comparación de las durezas en las muestras T, muestras B y muestras P, tanto de la cara i como la s.

Por su parte la figura 6.2 compara, gráficamente, la dureza media de las piezas con la obtenida para las muestras tipo T y B (tabla 4.5). Como puede observarse la dureza de las piezas sinterizadas es siempre superior al de las muestras utilizadas en



la caracterización mecánica a tracción, llegando a alcanzarse valores de dureza hasta 100 unidades superiores en las piezas que en las muestras tipo B. La justificación de estos resultados se basaría por una parte en el mayor contenido en carbono de las piezas y, por otra, en que su peculiar geometría les confiere una mayor velocidad de enfriamiento [119].

6.1.4 Estimación de las propiedades mecánicas de los cubos sincronizadores a partir de las propiedades convencionales

A partir de algunos de los datos obtenidos durante el proceso de fabricación, el fabricante es capaz de estimar unas propiedades mecánicas “aproximadas” utilizando una serie de gráficos proporcionados por los proveedores de polvos metálicos y que han sido desarrolladas a partir de los resultados de ensayos realizados sobre probetas obtenidas a partir de unos pasos de proceso muy controlados [119]

A modo de ejemplo, la figura 6.3 muestra los gráficos que relacionan las características mecánicas a tracción del material AES con la densidad tras el sinterizado. Dado que la densidad tras el sinterizado no forma parte de las propiedades convencionales evaluadas durante el control de fabricación en serie, ésta se suele estimar semejante al obtenido tras el último prensado (tabla 6.1). No obstante, y al objeto de valorar si dicha aproximación es cierta, en este caso se analizó la densidad de las piezas también tras el sinterizado en diferentes sectores de las piezas (tabla 6.4). Como puede observarse, las variaciones obtenidas (entre paréntesis en la tabla), al menos en este caso, son muy pequeñas, por lo que la utilización de la densidad en verde no parece muy descabellada.

Tabla 6.4 Densidad de sinterizado de las piezas de los materiales AE, HP y CrM

g/cm ³	sector	AE	HP	CrM
Cubo	1	7.24 (-0.03)	7.09 (-0.01)	6.95 (-0.02)
	2	7.26 (-0.04)	7.07 (-0.03)	6.95 (-0.03)
	3	-	7.09 (-0.01)	6.95 (-0.03)
Radio	1	-	-	7.03 (-0.03)
	2	-	-	7.02 (-0.05)
	3	-	-	7.02 (-0.02)
Diente	1	7.16 (-0.03)	7.05 (-0.03)	6.90 (+0.04)
	2	7.18 (+0.02)	7.06 (+0.01)	6.87 (+0.02)
	3	-	7.07 (+0.01)	6.88 (+0.02)

Conocida la densidad, de entre las distintas curvas se elegiría la correspondiente al tiempo de sinterizado más próximo al utilizado en la fabricación, que en este caso serían 30 minutos. Haciendo uso de estas relaciones, para el caso de los cubos de

material AE sinterizado se obtendría una resistencia mecánica de unos 800MPa, un límite elástico de unos 420MPa y un alargamiento de más del 3%.

Distaloy AE + 0.5% C

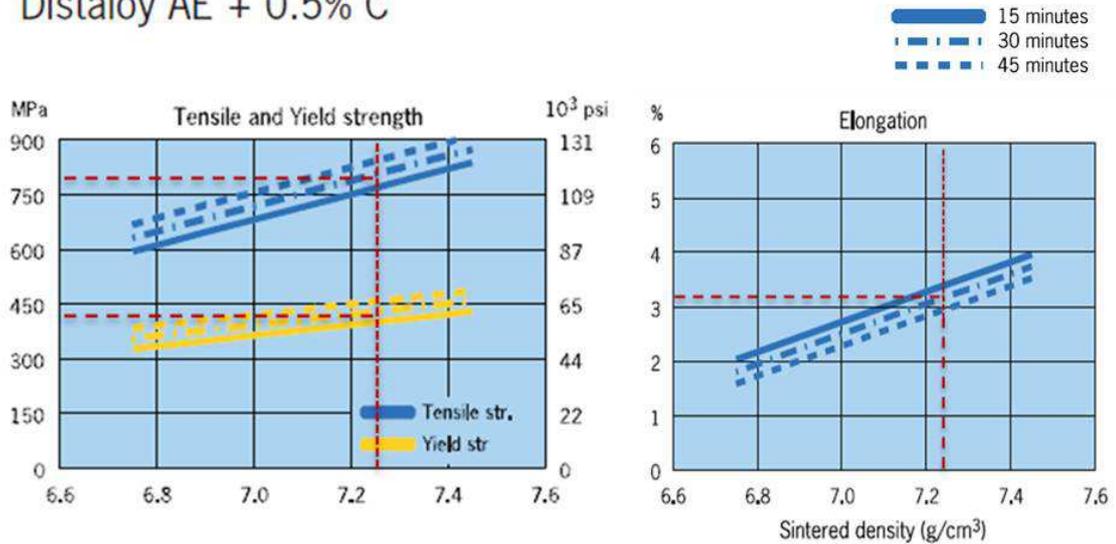


Fig. 6.3 Tablas que relacionan la densidad tras el sinterizado para el material AE con las propiedades mecánicas a tracción y con la dureza

No obstante, las limitaciones de este método se advierten si se emplean estas mismas gráficas para estimar las propiedades de las muestras tipo T y tipo B de los diferentes materiales. Teniendo en cuenta las densidades obtenidas tras el sinterizado mostradas ya en la tabla 4.2 el resultado obtenido, que se resume en la tabla 6.5, muestra las grandes discrepancias entre las propiedades estimadas y las reales, que también se incluyen entre paréntesis en dicha tabla.

Tabla 6.5 Características mecánicas a tracción obtenidas a partir de la densidad de las piezas haciendo uso de las tablas de fabricante de polvos [119]

Material	Muestra	Predicho (Real)	Predicho (Real)	Predicho (Real)
		σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	A%
AES	Tipo T	340 (504)	610 (878)	1.8 (1.58)
		(455)	(732)	(1.72)
	Tipo B	390 (390)	725 (561)	2.6 (1.50)
		(440)	(710)	(1.85)
AER	Tipo T	380 (525)	700 (923)	2.5 (2.38)
		(445)	(720)	(2.72)
	Tipo B	425 (382)	750 (608)	2.8 (1.84)
		(426)	(719)	(2.20)

A la vista de los resultados, parece claro que, aunque el uso de este tipo de gráficos podría permitir una estimación muy grosera de la propiedades mecánicas, sería deseable poder estimar dichas propiedades de un modo más preciso y fiable, que tenga en cuenta cuestiones tan importantes como el efecto de la porosidad o de la velocidad de enfriamiento en dichas propiedades. En este sentido, y demostrada la



aplicabilidad del ensayo SP en la caracterización mecánica de estos materiales, a continuación se analizarán los resultados obtenidos utilizando este tipo de ensayos en el caso de los cubos sincronizadores.

6.2 CARACTERIZACIÓN MEDIANTE ENSAYOS SP

En este apartado se describen en primer lugar los resultados obtenidos tras los ensayos SP de las probetas extraídas directamente de los diferentes cubos sincronizadores, en las diferentes zonas características de los mismos (cubo, radio y diente) y en los tres sectores indicados en la figura 6.1. En base a estos resultados se discutirá la influencia de la zona de extracción o del tipo de material, en base a variables tales como la velocidad de enfriamiento o la densidad (relacionada con la porosidad). Por último se utilizarán las relaciones obtenidas en el capítulo 5 al objeto de predecir las propiedades mecánicas a tracción en función de los parámetros SPT y se discutirán los resultados obtenidos.

6.2.1 Obtención de las probetas

Al igual que se hizo con el resto de propiedades de los cubos sincronizadores, las probetas miniatura para el ensayo SP fueron extraídas de las tres zonas características de estas piezas (diente, radio y cubo) y en los tres sectores en los que se divide al objeto de analizar la homogeneidad de las propiedades (figura 6.1). En la figura 6.4 se muestra la imagen de uno de los sectores una vez se han extraído las probetas de las distintas zonas características. Como puede observarse, el espesor de las probetas extraídas de la zona del radio coincide con la dirección de prensado (dirección Z en el resto de las muestras), mientras que en las extraídas de las zonas de dientes y cubo el espesor tiene dirección radial (direcciones X e Y en el resto de las muestras).

El proceso de extracción, preparación y medida de las probetas, idéntico al seguido para el resto de las muestras, ya ha sido descrito en el *Capítulo 3 Materiales y métodos*.

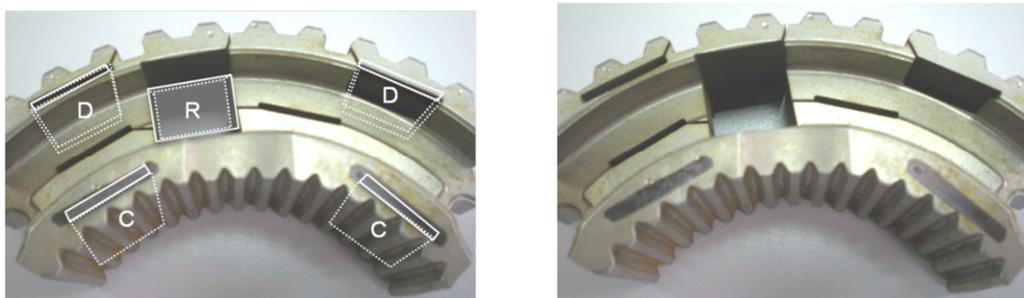


Fig. 6.4 Zonas de extracción y direcciones de las probetas en cada uno de los sectores de los cubos sincronizadores

6.2.2 Resultados

A continuación se analizan los resultados obtenidos para cada uno de los materiales de partida.

Material AE

Las figuras 6.5 a 6.7 muestran algunas de las curvas SPT representativas de las diferentes zonas de las piezas fabricadas a partir de polvos AE y ensayadas tras el proceso de sinterizado. Por su parte, la tabla 6.6 recoge los valores de los diferentes parámetros SPT obtenidos.

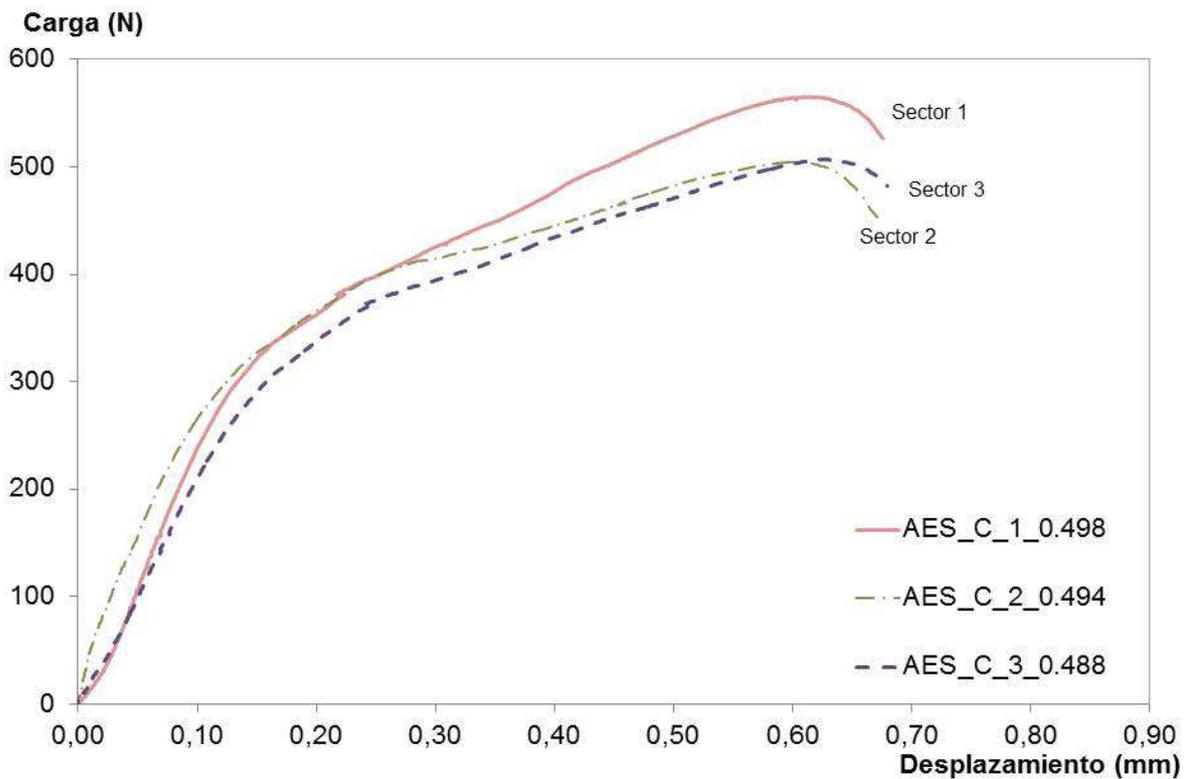


Fig. 6.5 curvas SPT representativas de la zona del cubo en los 3 sectores de una pieza de material AE sinterizado

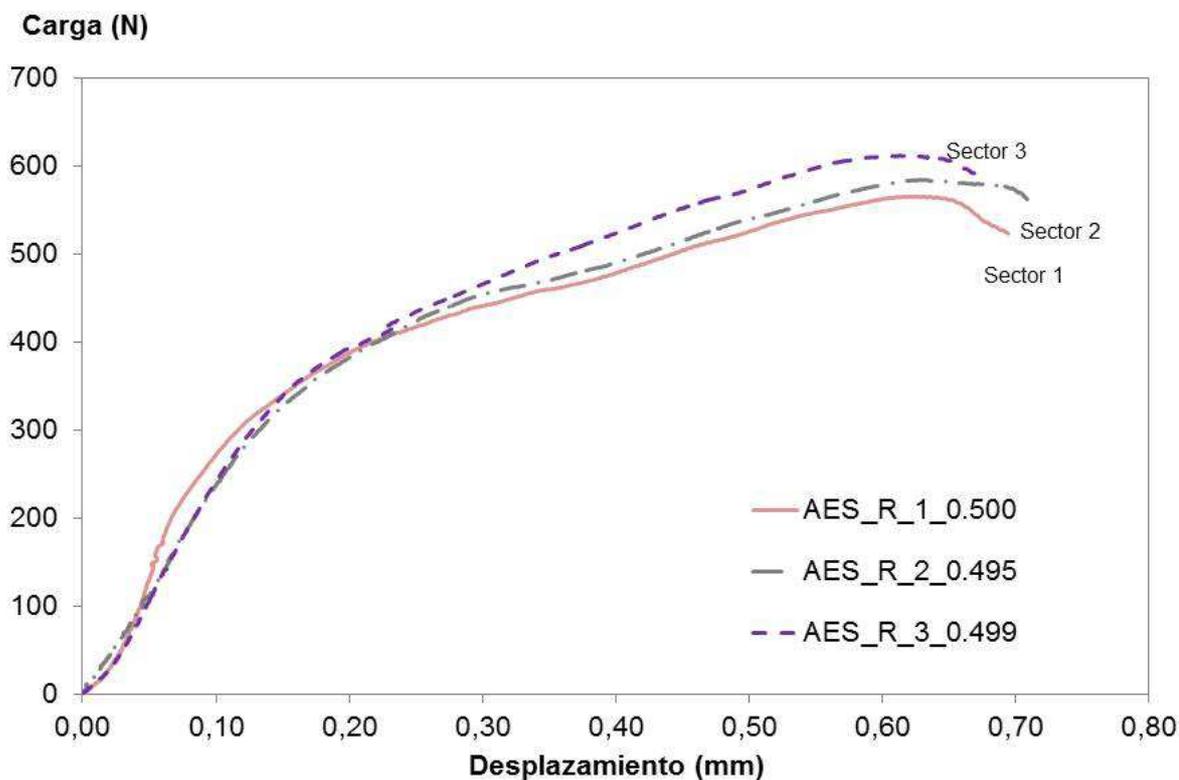


Fig. 6.6 Curvas SPT representativas de la zona del radio en los 3 sectores de una pieza de material AES

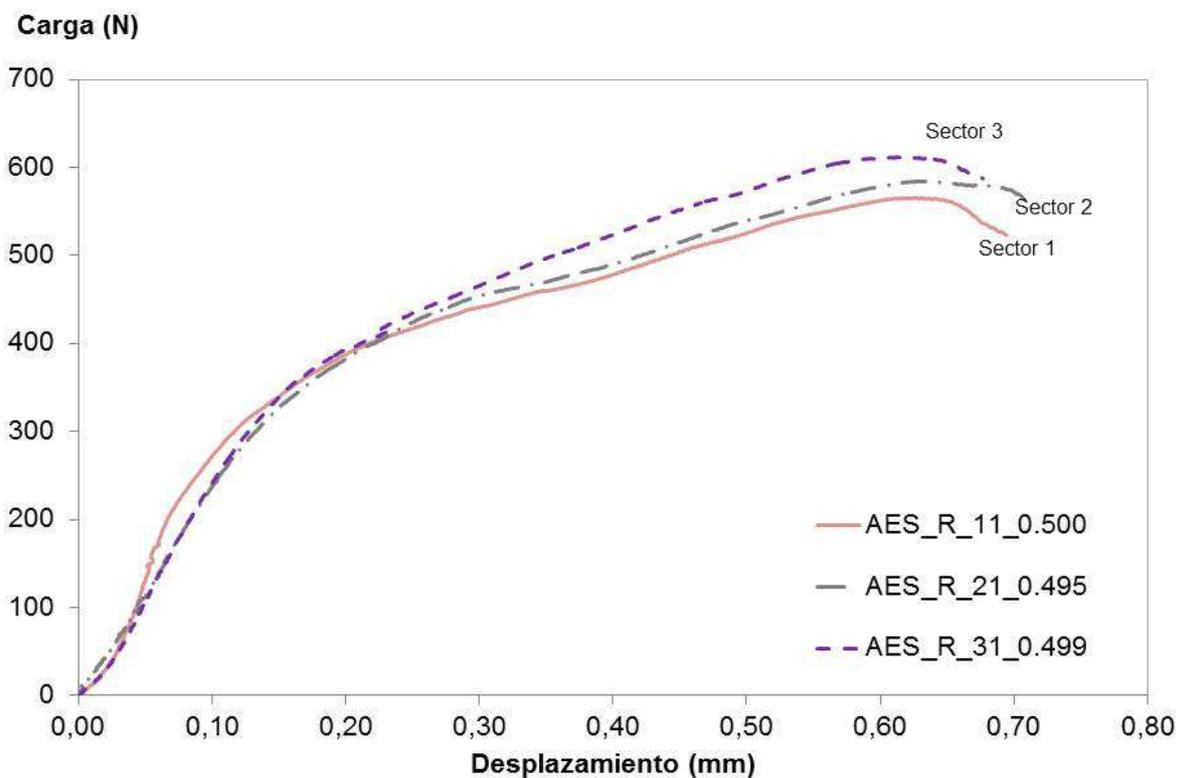


Fig. 6.7 Curvas SPT representativas de la zona de los dientes en los 3 sectores de una pieza de material AES

A la vista de estos resultados cabe destacar la gran uniformidad de propiedades encontrada en los diferentes sectores en la zona del radio, zona que presenta una

dispersión de resultados muy pequeña. En el caso del cubo, aunque las propiedades SPT muestran una ligera dispersión pueden considerarse bastante uniformes. La zona de los dientes, sin embargo, muestra una clara diferencia entre sectores, sobre todo en lo que se refiere a los parámetros relacionados con el punto de carga máxima.

El hecho de la mayor dispersión de resultados en la zona del diente, podría ser debido a que a la hora de extraer las probetas de esta zona, no se tuvo en cuenta la posición relativa de las mismas respecto al espesor de la pieza (posiblemente unas se extrajeron en zonas próximas a la cara s y otras a la cara i) y, como puede observarse en la figura 6.8, la porosidad no es uniforme en las distintas zonas.

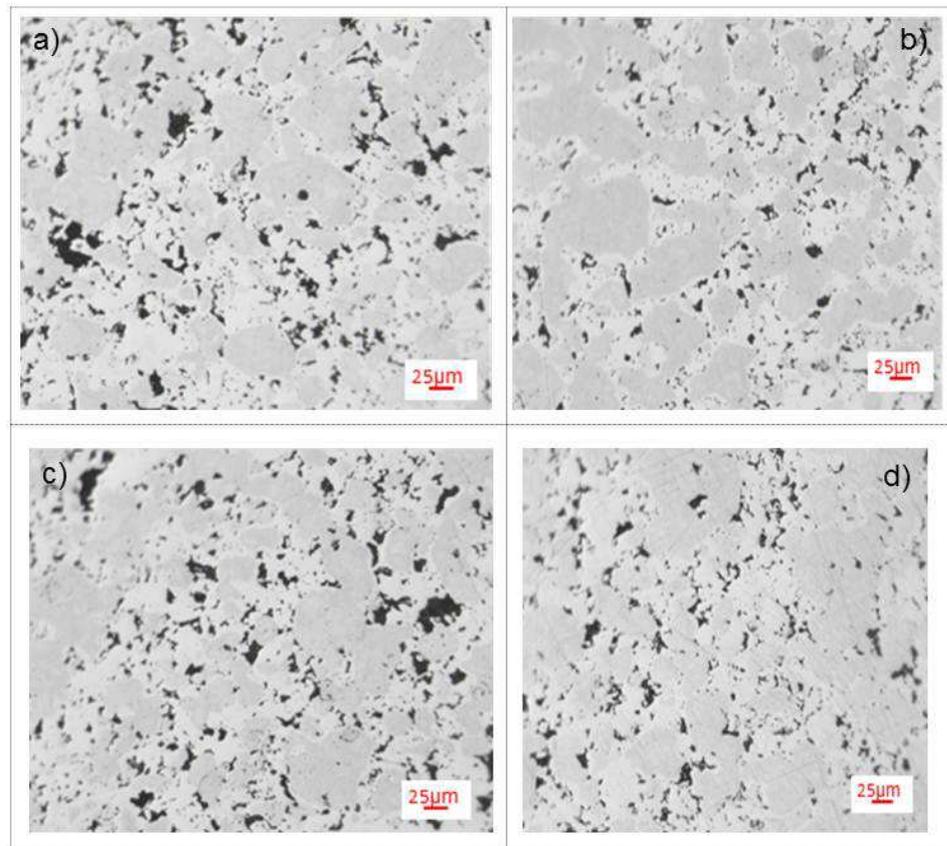


Fig. 6.8 Porosidades de las diferentes partes del cubo fabricado a partir de la materia prima AE a) Cubo b) Radio c) Diente superior d) Diente inferior

Si comparamos ahora el comportamiento exhibido por las diferentes zonas, se puede observar que la zona del radio muestra unas características resistentes y una ductilidad ligeramente superiores al resto. La explicación a este hecho se fundamentaría en la mayor densidad que generalmente presenta la zona del radio frente al resto, consecuencia del utillaje utilizado que hace que la presión ejercida sobre el radio sea superior al resto. Este hecho, de sobra conocido, fundamenta el que durante el control de calidad en fabricación la densidad nunca se mida en la zona del radio para esta referencia, dada la configuración del utillaje que la conforma.



Tabla 6.6 Resultados del ensayo SPT en cubos sincronizadores fabricados a partir de polvos AES

Zona	Sector	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
Cubo	1	1492	2277	1.24
	2	1434	2204	1.28
	3	1436	2129	1.29
	media	1454±32	2205±74	1.27±0.022
Radio	1	1416	2261	1.26
	2	1596	2364	1.31
	3	1598	2457	1.22
	media	1537±104	2361±98	1.27±0.05
Diente	1	1216	1854	1.15
	2	1473	2333	1.34
	3	1310±15	2147	1.29
	media	1301±124	2043±240	1.23±0.12

De cara a descartar una diferencia de velocidad de enfriamiento en las diferentes partes del cubo sincronizador, la figura 3.9 muestra los análisis realizados de las diferentes zonas de la pieza. La figura 6.9 muestra los análisis de la microestructura del cubo AES.

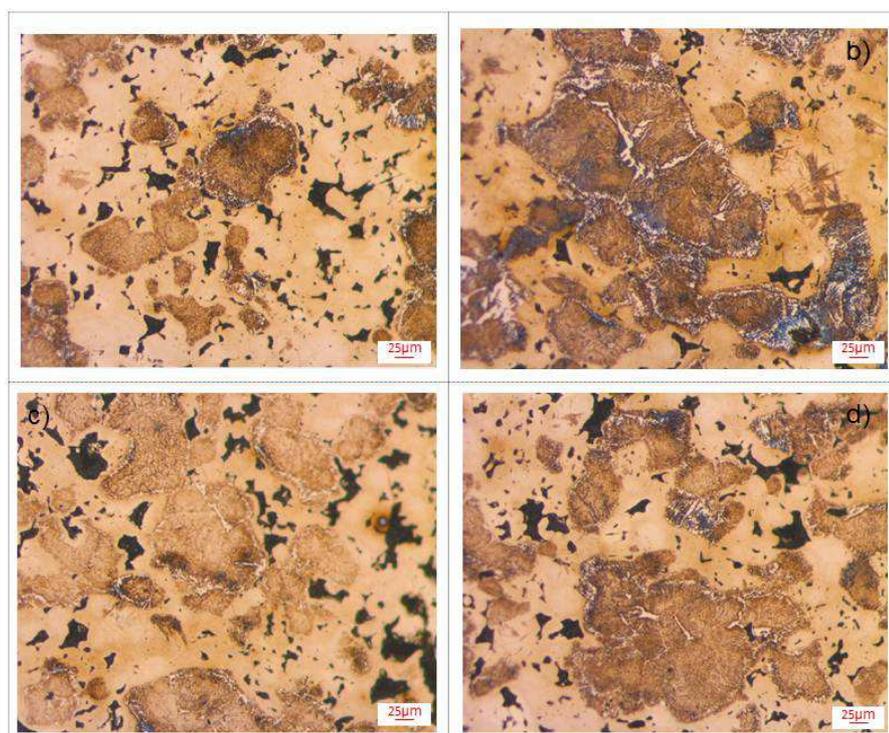


Fig. 6.9 Microestructuras de las diferentes partes del cubo fabricado a partir de la materia prima AE y sinterizado a) Cubo b) Radio c) Diente superior d) Diente inferior

A la vista de las microestructuras, se aprecia, que en todas las zonas esta es muy similar, parece que en el radio es donde más perlita y ferrita aparece, y que es en esa

zona, donde puede hacer una velocidad de enfriamiento ligeramente menor que e el resto de zonas, siendo producida por la densidad, pero aun así, la diferencia entre ellas es insignificante.

Por su parte, la figuras 6.10 y 6.11 comparan los parámetros SPT obtenidos para los cubos sincronizadores con los que se habían obtenido con la muestra tipo B del material AES. Dado que las probetas obtenidas de la zona del cubo y de los dientes tendrían una orientación semejante a las probetas X e Y de las muestras B se incluyen los resultados medios de dichas probetas junto con los correspondientes a la orientación Z, que corresponde con la orientación de las probetas obtenidas del radio a la vez que es la que menos porosidad presentaba. Como puede observarse, en general el material de las piezas muestra una resistencia significativamente mayor que el de las muestras tipo B. Este resultado concuerda con el obtenido para la dureza, reflejo, no sólo de una mayor velocidad de enfriamiento de las piezas en base a su geometría más esbelta sino previsiblemente a una menor porosidad dada la mayor densidad de las mismas.

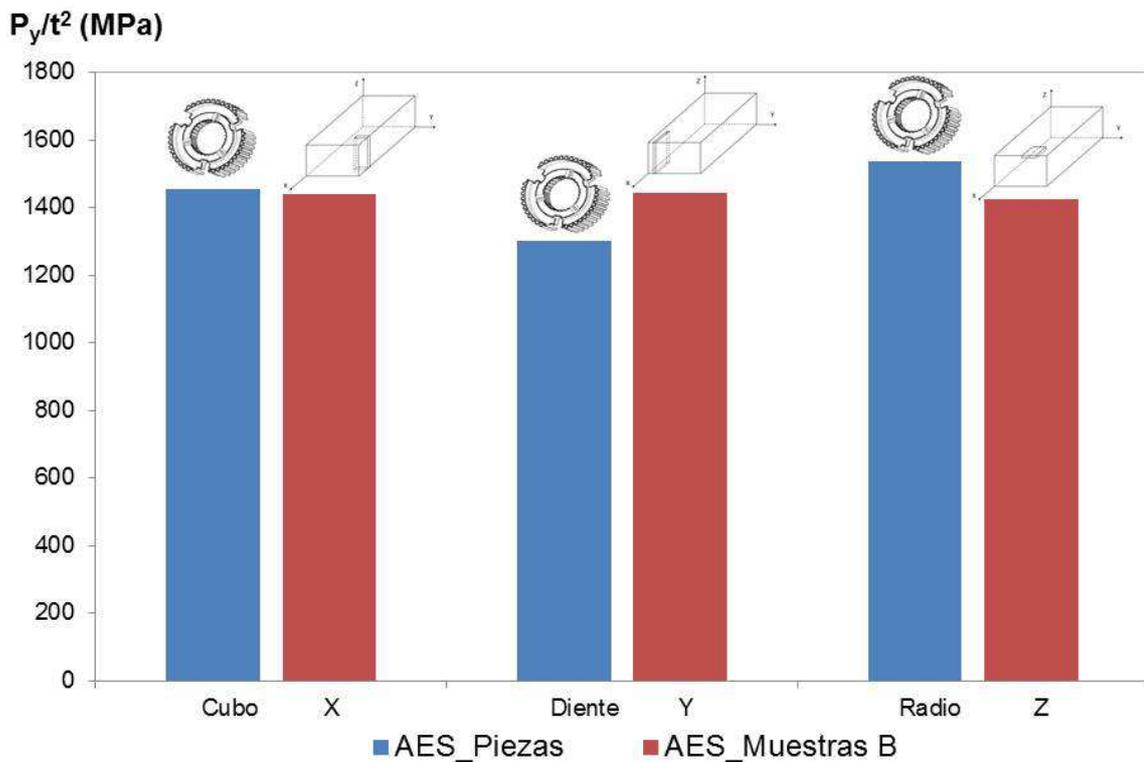


Fig. 6.10 Comparativa de propiedades resistentes entre las piezas y las muestras B del material AES.

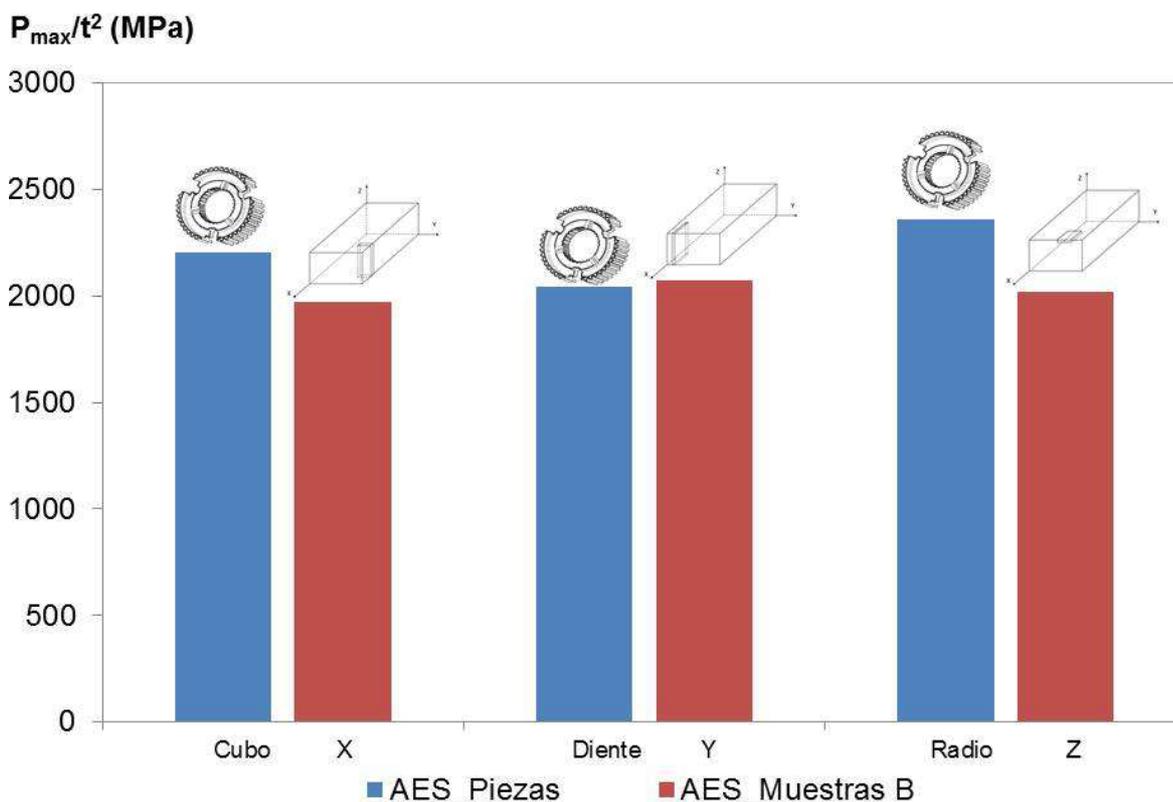


Fig. 6.11 Comparativa de propiedades resistentes entre las piezas y las muestras B del material AES.

En el caso de las piezas fabricadas con material AE y que tras el sinterizado fueron sometidas al tratamiento de revenido (AER), el resultado, por zonas, fue semejante al descrito para las sinterizadas. Este resultado es lógico si tenemos en cuenta que la mayor o menor homogeneidad de una pieza queda definida, como ya se ha explicado en el *Capítulo 2 Antecedentes*, tras el proceso de prensado. La única diferencia apreciable frente a los resultados mostrados para el material anterior, es que en la zona del diente son más homogéneos, lo que podría deberse a que esta vez las probetas pueden haber sido extraídas de zonas del diente de porosidad semejante.

La tabla 6.7 resume los resultados para las tres zonas características de la pieza. Aunque en este caso la zona del diente muestra una resistencia ligeramente mayor, las diferencias no son significativas.

Tabla 6.7 Resultados del ensayo SPT para las diferentes partes de la pieza AER

Material	Zona	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
AER	Cubo	1700 ± 20	2427 ± 51	1.29 ± 0.02
	Radio	1735 ± 63	2539 ± 100	1.40 ± 0.05
	Diente	1763 ± 33	2621 ± 22	1.33 ± 0.04

Si comparamos ahora estos resultados con los obtenidos sobre las muestras B de este mismo material (figuras 6.12 y 6.13), se observa que la resistencia de las piezas es, en todas las zonas, significativamente mayor sin una pérdida de ductilidad. La

explicación a este hecho volvería a estar fundamentada en la previsible menor porosidad de las piezas junto con una estructura más endurecida fruto de su mayor velocidad de enfriamiento.

P_y/t^2 (MPa)

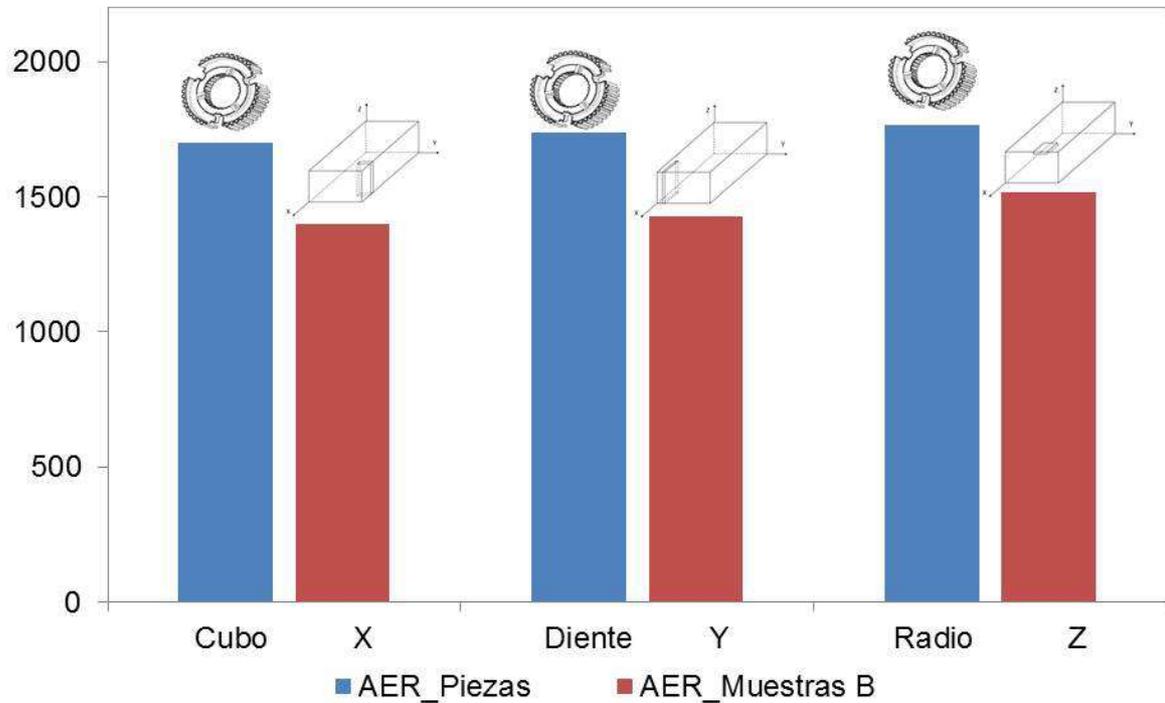


Fig. 6.12 Comparativa de propiedades resistentes entre las piezas y las muestras B del material AER

P_{max}/t^2 (MPa)

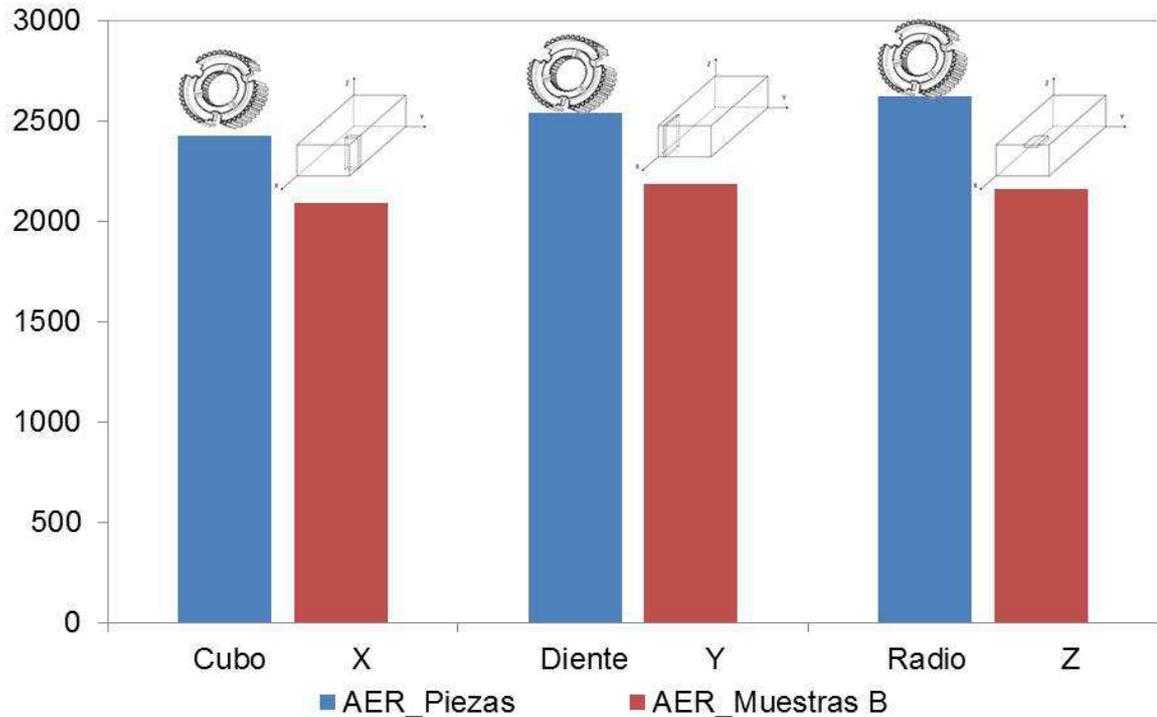


Fig. 6.13 Comparativa de propiedades resistentes entre las piezas y las muestras B del material AER



Material HP

Tras los ensayos SP, la pieza fabricada a partir de polvos HP y posteriormente sinterizada (HPS) no mostró dependencia del sector del que había sido extraída la probeta pero sí de la zona de extracción (cubo, radio, diente) dentro de un mismo sector. La figura 6.14 muestra, a modo de comparación las curvas SPT representativas de las distintas zonas de la pieza. Como puede apreciarse la zona del radio se muestra más rígida, resistente y dúctil, mientras que las zonas del cubo y del radio muestran un comportamiento semejante. En esta misma figura también se han incluido curvas representativas del comportamiento SPT de probetas procedentes de la muestra B fabricadas con este mismo material y extraídas con distintas orientaciones (X y Z_m). Como puede observarse, el material de la pieza muestra la misma variabilidad que mostraba el de la muestra B en la posición Z_m mostrando una resistencia media comparable (ligeramente inferior en el caso del cubo y del diente) con la de aquellas muestras. Dado que la dureza que mostraba esta pieza (tabla 6.3) era superior a la correspondiente a la muestra B (tabla 4.5), podría ser la porosidad la responsable de su menor resistencia.

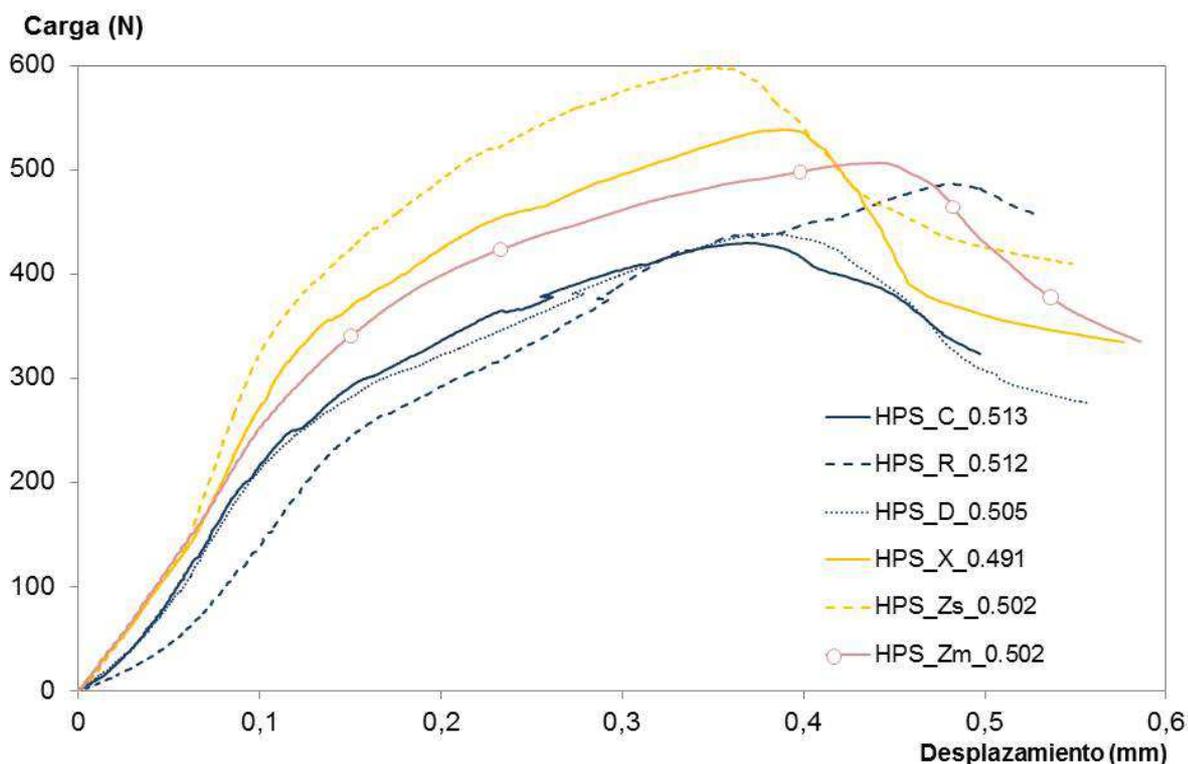


Fig. 6. 14 curvas SPT representativas de las distintas zonas de la pieza y de la muestra B del material HPS

En este mismo sentido, la figura 6.11 recoge las curvas SPT representativas de las distintas zonas de la pieza fabricada a partir de polvos HP y sometida a un tratamiento térmico de revenido tras el sinterizado (HPR). Cabe advertir, en primer lugar la gran diferencia de comportamiento entre el material procedente del radio

respecto a las otras dos zonas. La zona del radio se muestra más rígida, resistente y dúctil, con un comportamiento semejante al exhibido por las probetas Z_s procedentes de la muestra B cuyas curvas también se recogen en la figura 6.15. Por su parte las probetas procedentes del cubo y del diente muestran una menor resistencia mecánica que las anteriores, pero ésta merma no llega a ser tan baja como la exhibida por las probetas procedentes de la muestra B extraídas en la posición Z_m cuyas curvas también se representan en esta misma figura. Aunque en el caso de la muestra B la merma de resistencia había sido justificada en base a la descarburación sufrida por la pieza por el contacto con la bandeja del horno, en este caso, dado que no se ha apreciado una disminución del carbono, la menor resistencia de cubo y diente podría estar basada exclusivamente en ligeras variaciones de densidad mostrada en la tabla 6.1, donde se ve como en el primer prensado la densidad de esta zona es ligeramente superior.

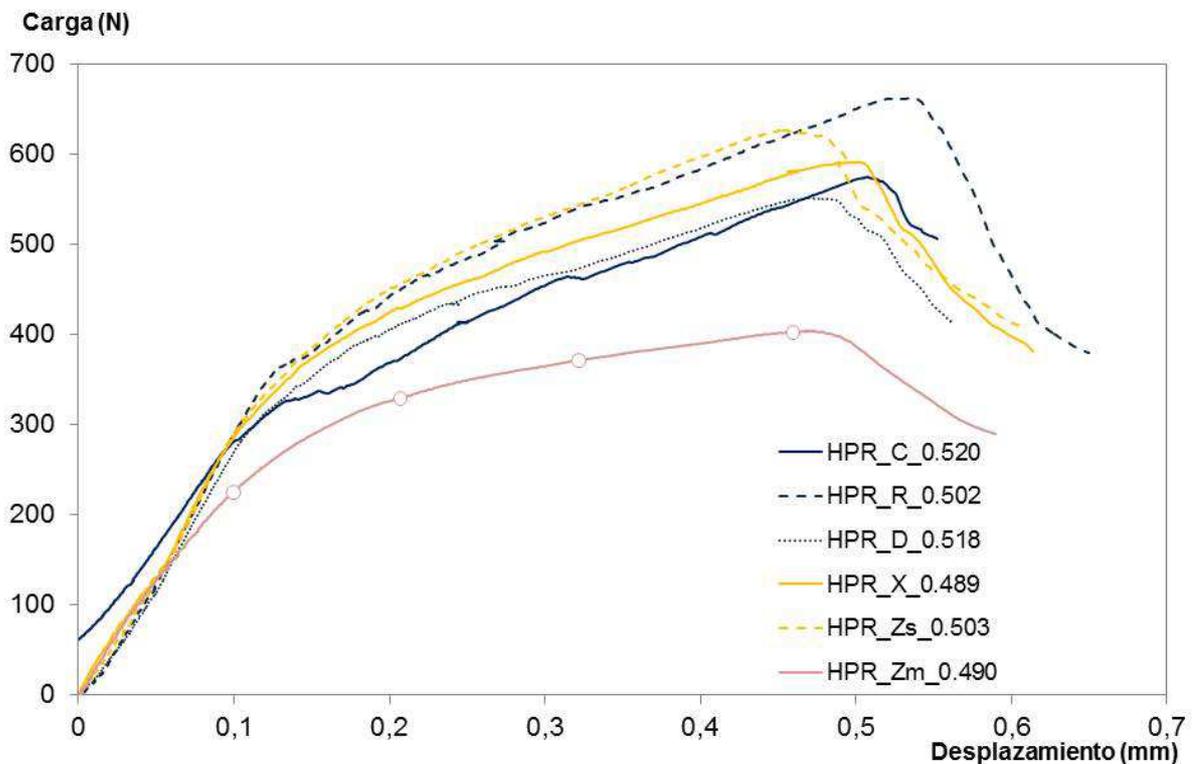


Fig. 6.95 Curvas SPT representativas de las distintas zonas de la pieza y de la muestra B del material HPR

Tabla 6. 8 Resultados del ensayo SP para las diferentes partes de la pieza HPS y HPR

Material	Zona	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
HPS	Cubo	1300 ± 37	1591 ± 52	0.72 ± 0.02
	Radio	1350 ± 48	1941 ± 79	0.89 ± 0.05
	Diente	1450 ± 164	2100 ± 158	0.80 ± 0.04
HPR	Cubo	1369 ± 68	2100 ± 108	1.10 ± 0.03
	Radio	1696 ± 83	2463 ± 128	1.00 ± 0.03
	Diente	1695 ± 84	2186 ± 117	1.14 ± 0.03



La tabla 6.8 recoge los resultados medios de las distintas zonas de los cubos sincronizadores fabricados a partir del material HP tanto tras el sinterizado como tras el revenido posterior.

Material CrM

Para el material CrM, al igual que ocurría con el material AE, tanto el cubo como el radio muestran una gran uniformidad en los tres sectores, en cambio en el caso de las curvas obtenidas de los ensayos del diente es donde aparece una mayor dispersión. Al igual que se describía en el caso del material AE, esta diferencia como ya se comentó anteriormente, puede ser debida a la zona exacta de obtención de las probetas del diente, ya que hay ligeras diferencias en cuanto a porosidad se refiere entre el diente superior e inferior, tal y como muestran las figuras recogidas de la porosidad, figura 6.16.

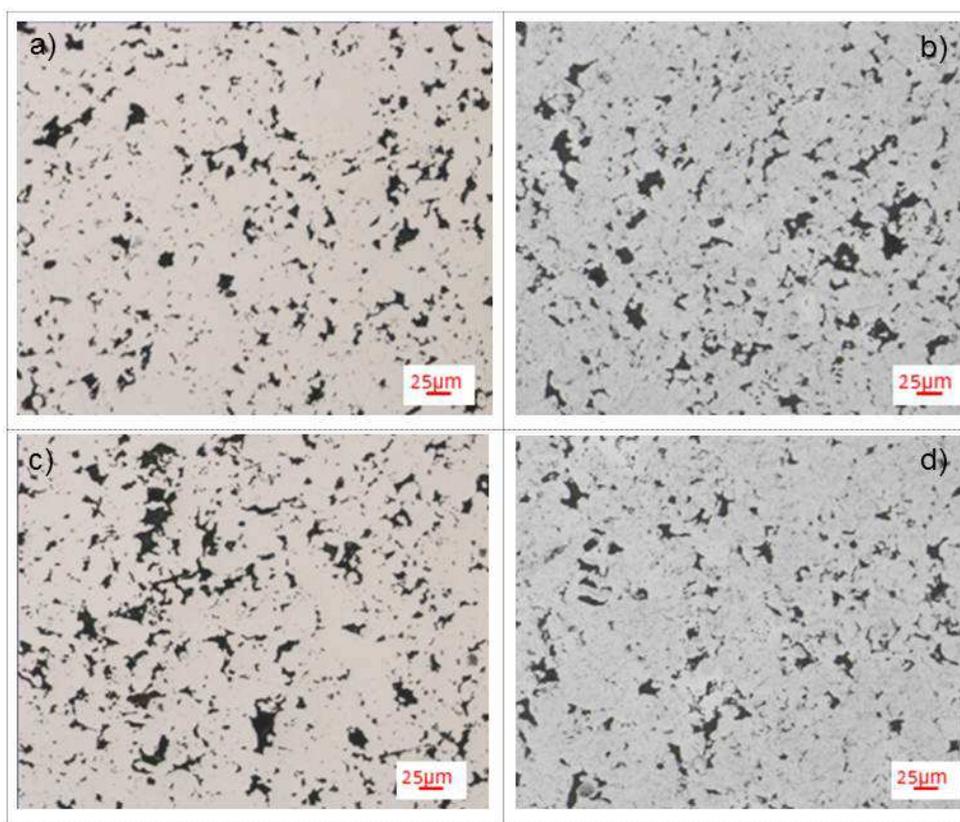


Fig. 6.10 Porosidades de las diferentes partes del cubo sincronizador fabricado a partir de la materia prima CrM a) Cubo b) Radio c) Diente superior d) Diente inferior

Por su parte, la tabla 6.9 recoge los valores medios obtenidos de los diferentes parámetros SPT, junto con la desviación estándar que refleja la poca variabilidad entre sectores.

Tabla 6. 9 Resultados del ensayo SPT para las diferentes partes del cubo tanto para el material CrM

Material	Zona	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
CrMS	Cubo	1190 ± 100	1684 ± 269	0.58 ± 0.08
	Radio	1360 ± 53	1727 ± 150	0.60 ± 0.07
	Diente	1320 ± 72	1842 ± 22	0.65 ± 0.01

Comparando ahora el comportamiento entre las diferentes zonas, se puede observar que tanto la zona del radio como del diente muestran unas características resistentes ligeramente superiores a la zona del cubo, siendo la ductilidad similar en las tres zonas.

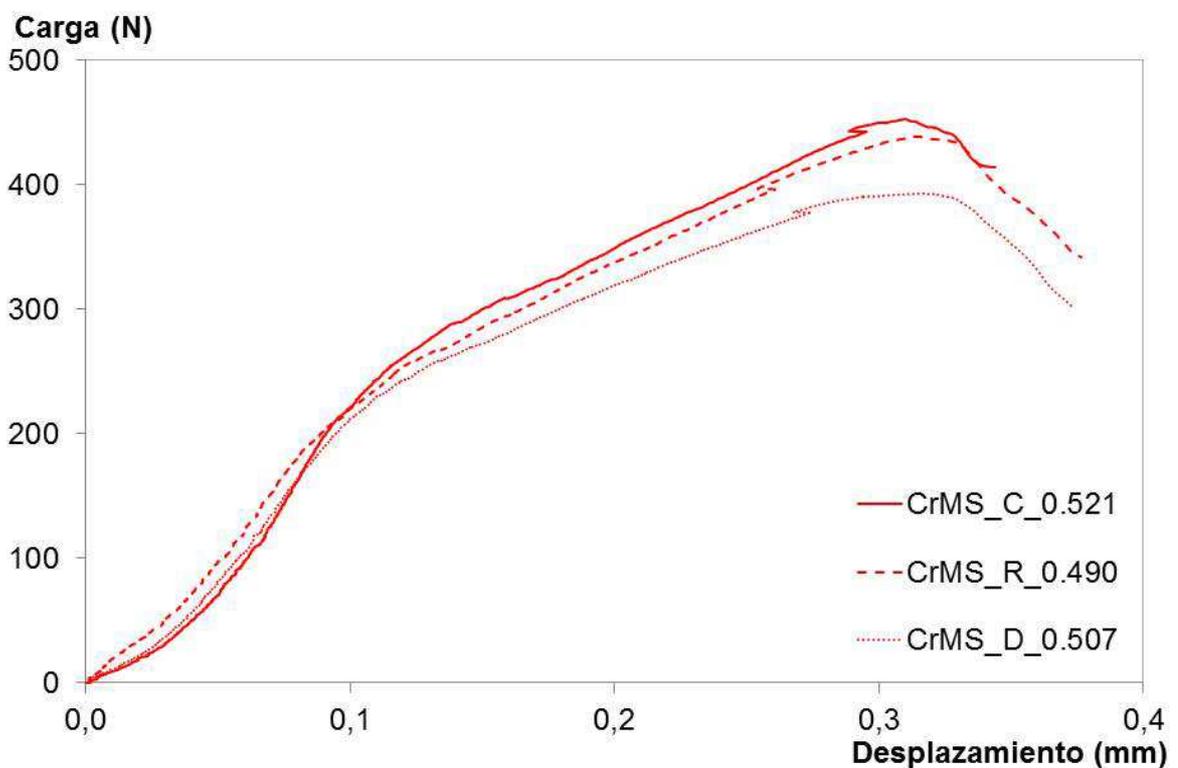


Fig. 6.11 curvas SPT representativas de la zona de las diferentes zonas de una pieza de material CrMS

Al igual que se comparaba en los materiales AES y AER, las figuras 6.18 y 6.19 muestran la comparación de los resultados obtenidos del ensayo SPT de los cubos sincronizadores con los resultados de las diferentes direcciones de las muestras B tanto las X e Y de las muestras como los correspondientes a la orientación Z_s , que coincide nuevamente con la altura que presenta menos porosidad. Como puede observarse, en general el material de las piezas muestra unas características resistentes significativamente menor que el de las muestras tipo B.

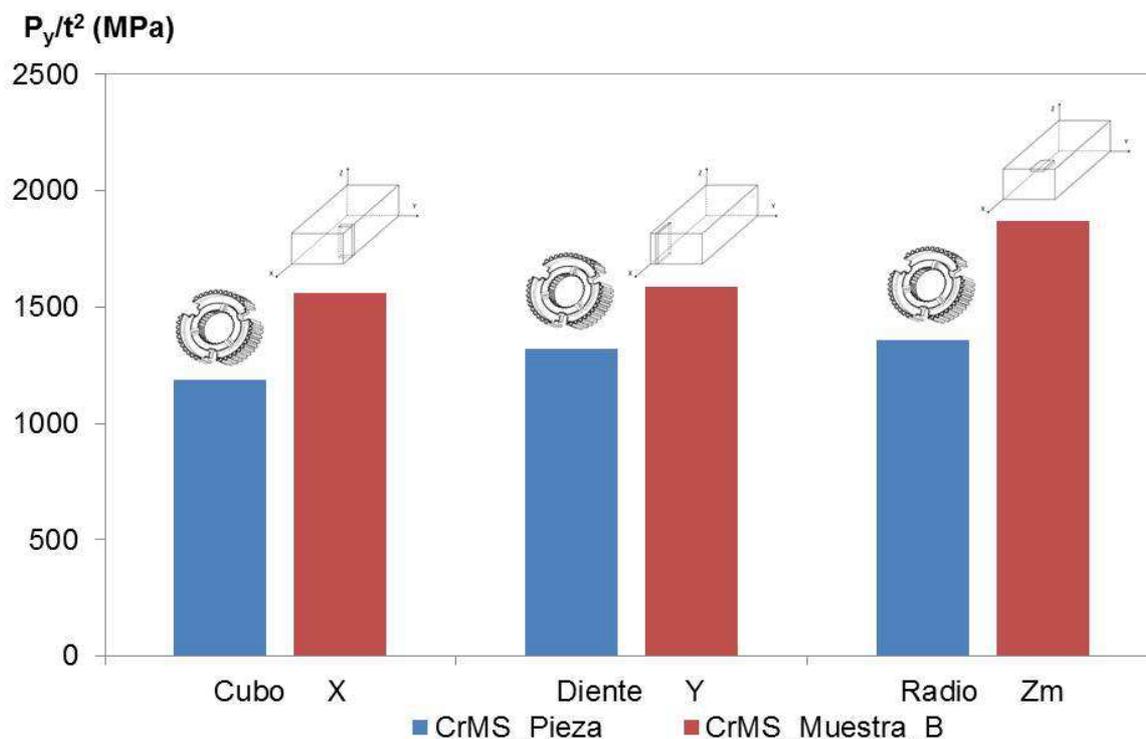


Fig. 6.12 Comparativa de P_y/t^2 entre las piezas y las muestras B del material CrMS

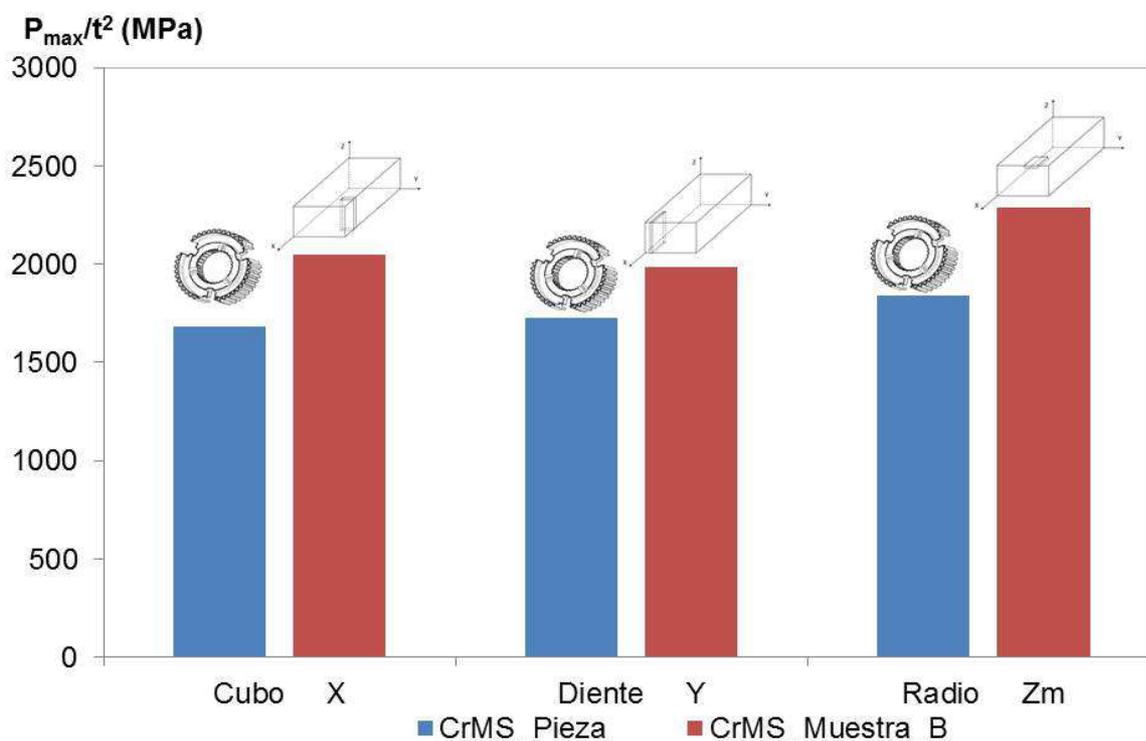


Fig. 6.19 Comparativa de P_{max}/t^2 entre las piezas y las muestras B del material CrMS

De cara a buscar una explicación a estos resultados, habría que buscarla en la diferencia de densidad tras el sinterizado de ambos tipos de geometrías mostrada en la tabla 4.2 para las muestras B y en la tabla 6.4 para los cubos sincronizadores, mostrando una diferencia de densidad hay que descartar la influencia de la velocidad

de enfriamiento, ya que como se mostraba en la figura 4.12 hay muy poca diferencia microestructuralmente hablando en este material. También reflejada en la figura 6.20

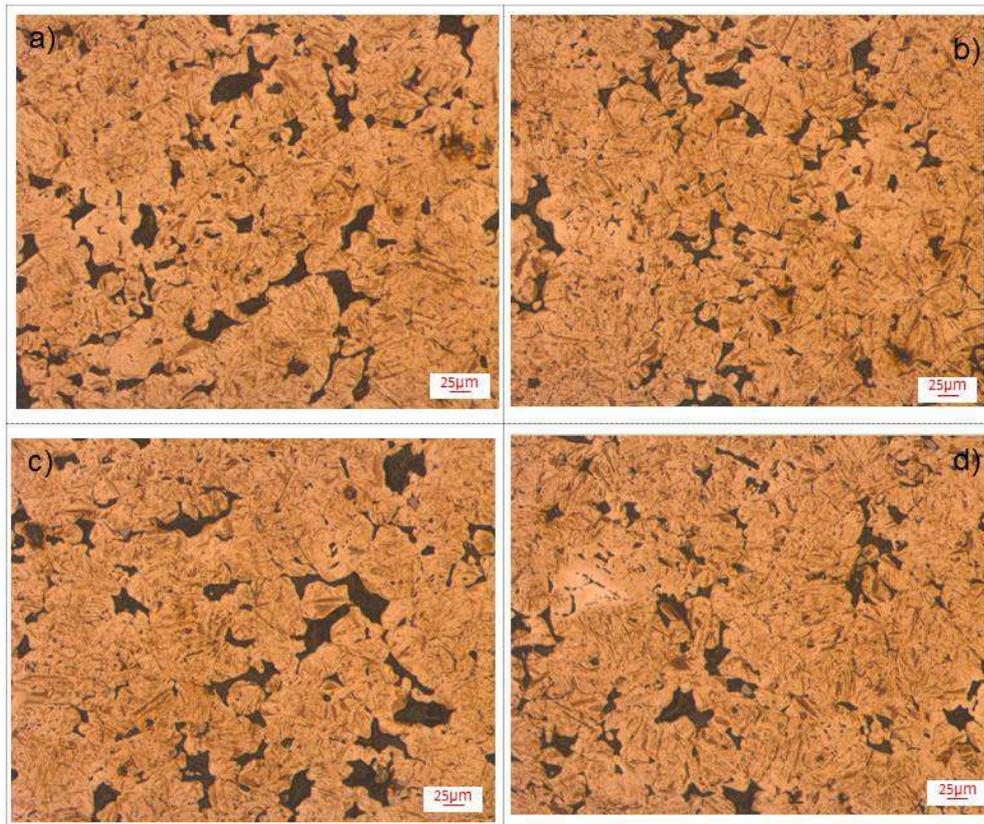


Fig. 6.20 Microestructuras de las diferentes partes del cubo sincronizador fabricado a partir de CrM: a) Cubo; b) Radio; c) Diente superior; d) Diente inferior

En el caso de las piezas fabricadas con material CrMR el resultado fue semejante al descrito para las sinterizadas, solo que ahora los resultados fueron bastante homogéneos en todas las zonas, esto tiene sentido, ya que como se explicó al principio de este punto, la única variabilidad que puede aparecer es en las curvas ensayadas del diente, dependiendo de la zona de extracción de la probeta, diente superior o diente inferior. La tabla 6.10 resume los resultados para las tres zonas características de la pieza. Como puede observarse la resistencia del radio es ligeramente mayor que en las otras tres zonas, pero dicha diferencia es tan pequeña que no puede considerarse significativa.

Tabla 6.10 Resultados del ensayo SPT para las diferentes partes de la pieza AER

Material	Zona	P_y/t^2 (MPa)	P_{max}/t^2 (MPa)	d_{max}/t
CrMR	Cubo	1392 ± 37	1905 ± 225	0.69 ± 0.05
	Radio	1383 ± 82	1927 ± 81	0.67 ± 0.03
	Diente	1423 ± 57	1899 ± 259	0.62 ± 0.02

Si comparamos ahora estos resultados con los obtenidos sobre las muestras B de este mismo material (figura 6.9), se observa que la resistencia de las piezas es, en



todas las zonas, menor que en el caso de las muestras B, pero en menor medida que ocurría con el material sinterizado.

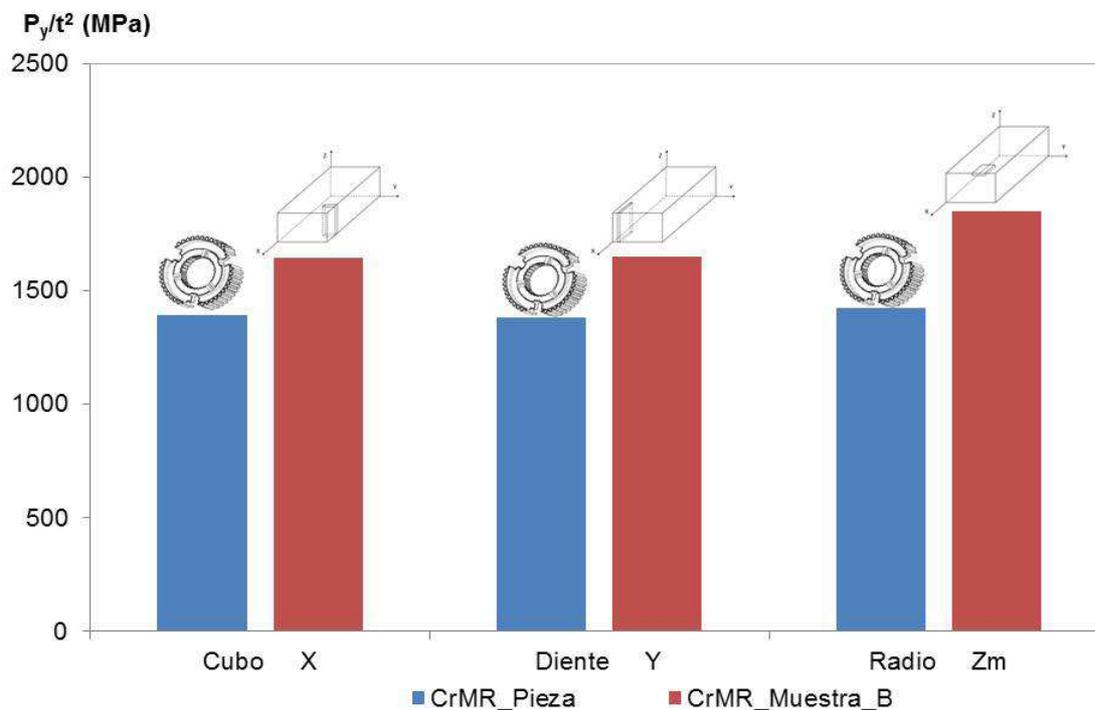


Fig. 6.21 Comparativa de P_y/t^2 entre las piezas y las muestras B del material CrMR

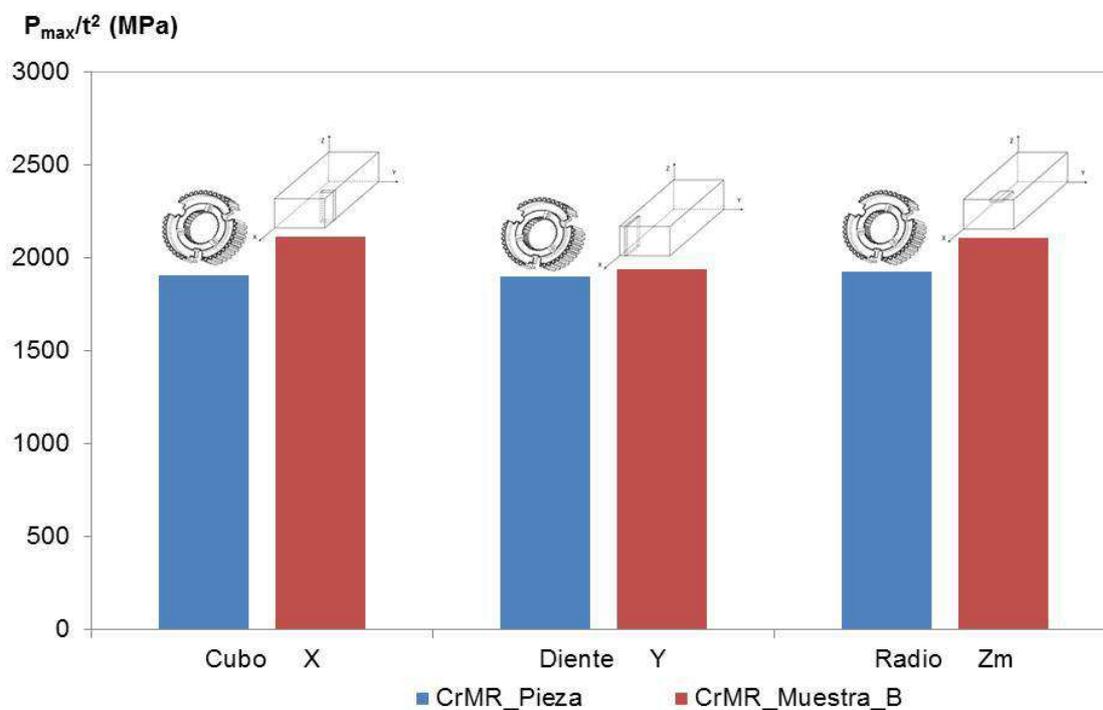


Fig. 6.22 Comparativa de P_{max}/t^2 entre las piezas y las muestras B del material CrMR

6.2.3 Estimación de las propiedades mecánicas de los cubos sincronizadores a partir del ensayo Small Punch

Tras el análisis individual del comportamiento mecánico de los distintos cubos sincronizadores a través del ensayo SP y una vez justificados dichos resultados en función de los mismos parámetros que modificaban el comportamiento mecánico a tracción, quedaría justificada la posibilidad de utilizar las correlaciones obtenidas en el capítulo 5 para obtener las propiedades mecánicas a tracción de las distintas zonas de los cubos a partir de los parámetros SPT.

Así, la tabla 6.11, recoge, de manera conjunta, las propiedades mecánicas a tracción de los seis tipos de cubos sincronizadores analizados en las tres zonas características. En su obtención se han utilizado las ecuaciones (5.16) para el límite elástico, (5.17) para la resistencia mecánica y la (5.24) para estimar el alargamiento a rotura.

Tabla 6. 11 Propiedades mecánicas estimadas a partir del ensayo SPT

Material	Zona	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	A(%)
AE	Cubo	508.9 ± 160	771.8 ± 160	1.82 ± 0.05
	Radio	538.0 ± 160	826.4 ± 160	1.82± 0.03
	Diente	455.4 ± 160	715.1 ± 160	1.71± 0.02
AER	Cubo	595.0 ± 160	849.5 ± 160	1.87 ± 0.01
	Radio	607.3 ± 160	888.7 ± 160	2.10 ± 0.06
	Diente	617.1 ± 160	917.4 ± 160	1.97 ± 0.04
HP	Cubo	455.0 ± 160	556.9 ± 160	0.42 ± 0.08
	Radio	472.5 ± 160	679.4 ± 160	0.85 ± 0.10
	Diente	507.5 ± 160	735.0 ± 160	0.62 ± 0.13
HPR	Cubo	462.0 ± 160	735.0 ± 160	1.38 ± 0.03
	Radio	563.5 ± 160	862.1 ± 160	1.13 ± 0.09
	Diente	549.9 ± 160	765.1 ± 160	1.48 ± 0.07
CrM	Cubo	416.5 ± 160	589.4 ± 160	0.06
	Radio	476.0 ± 160	604.5 ± 160	0.11
	Diente	462.0 ± 160	644.7 ± 160	0.24
CrMR	Cubo	487.2 ± 160	666.8 ± 160	0.34
	Radio	484.1 ± 160	674.5 ± 160	0.29
	Diente	498.1 ± 160	664. ± 160	0.16



Por su parte, las figura 6.23, 6.24 y 6.25 recogen, de manera gráfica la relación entre las propiedades resistentes de ambos tipos de ensayo para los materiales obtenidos tomando como polvo base el AE, el HP y el CrM, respectivamente. En cada una de estas figuras se muestran los resultados medios obtenidos a partir de las muestras tipo B de cada uno de los materiales junto con los estimados para los cubos sincronizadores mediante el ajuste de dichos datos a las expresiones (5.16) y (5.17)

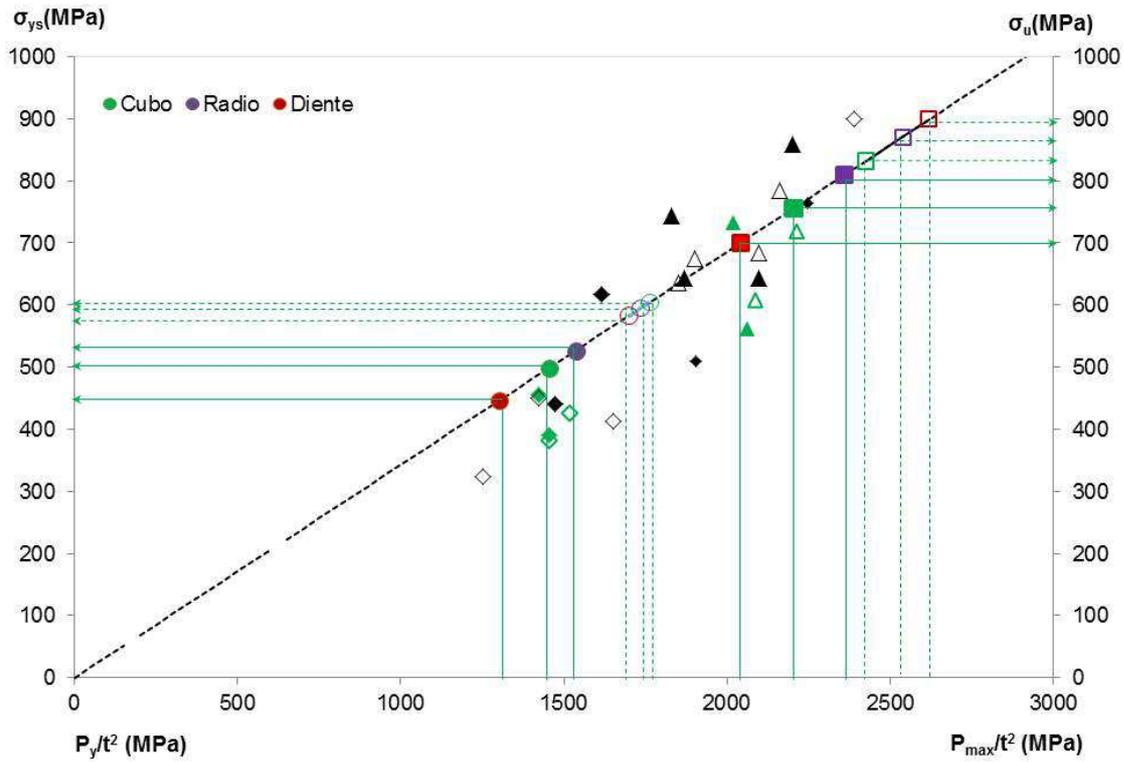


Fig. 6.23 Resultados de los ensayos SPT realizados sobre las diferentes partes de los cubos fabricados a partir de AE

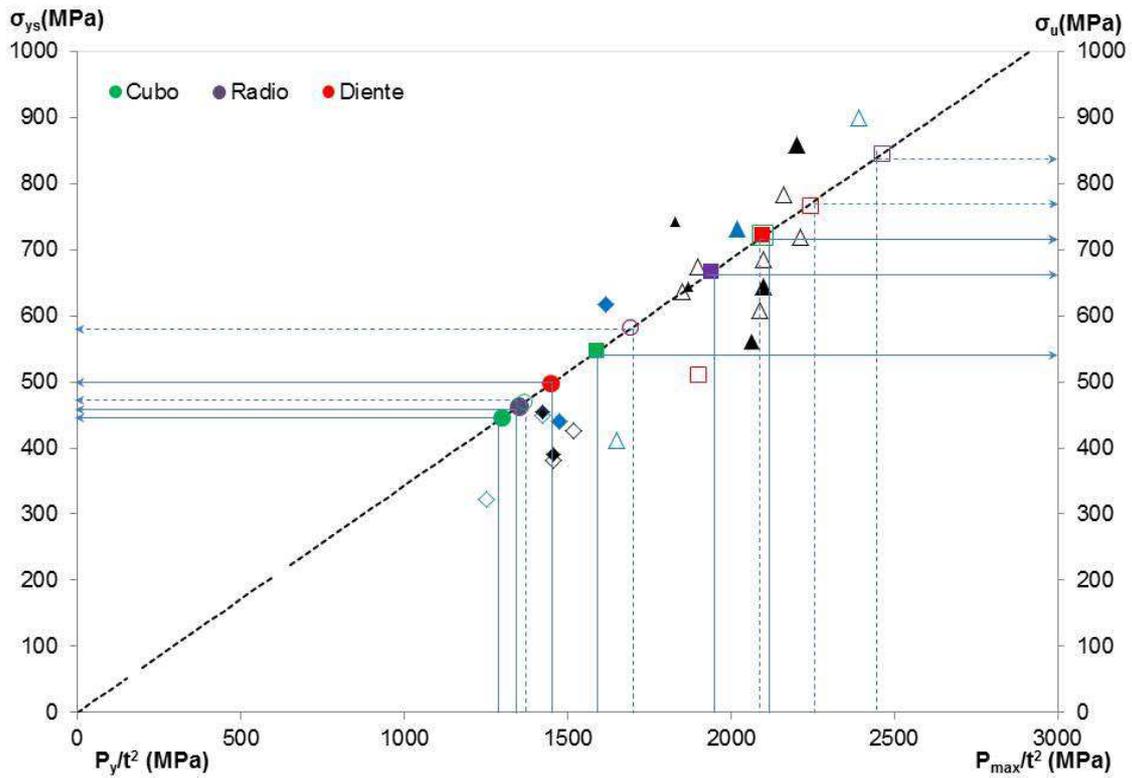


Fig. 6.24 Resultados de los ensayos SPT realizados sobre las diferentes partes de los cubos fabricados a partir de HP

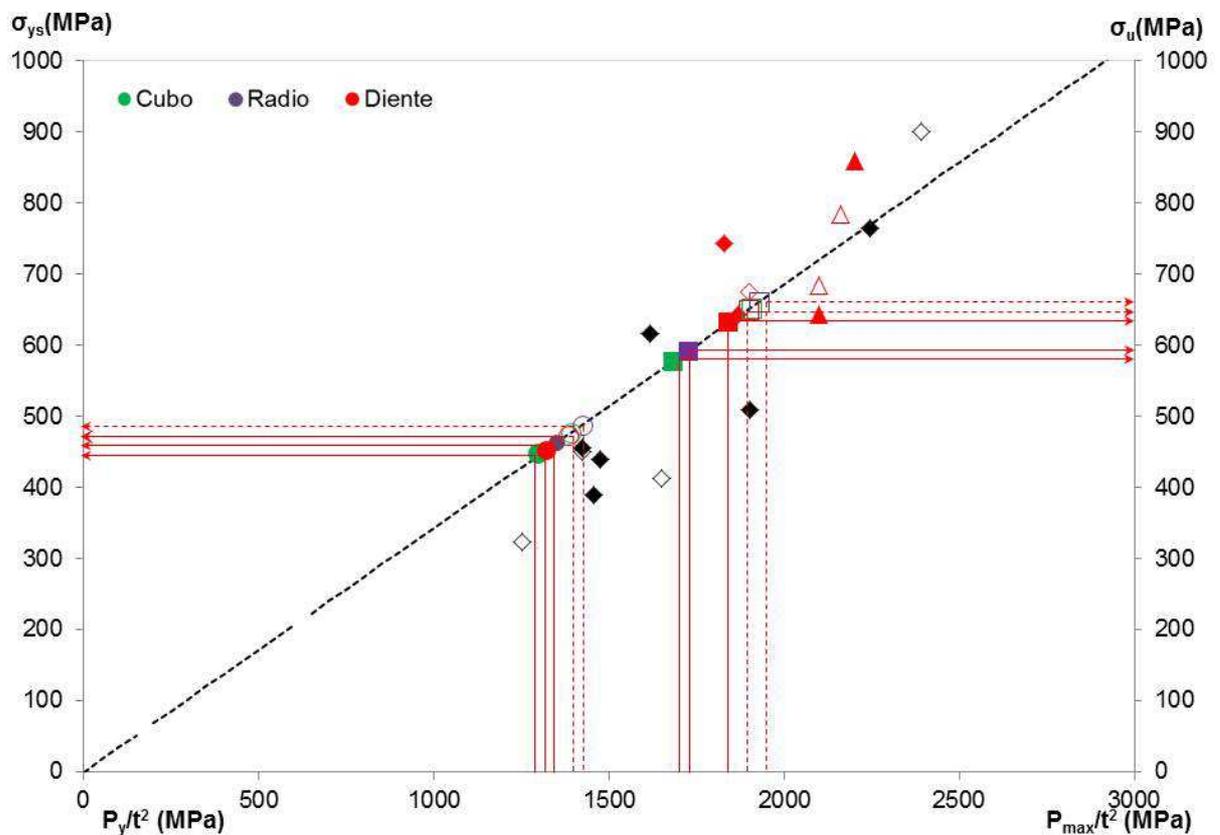


Fig. 6.25 Resultados de los ensayos SPT realizados sobre las diferentes partes de los cubos fabricados a partir de CrM



7. CONCLUSIONES



CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES

Tras una completa caracterización física, mecánica y microestructural de distintos tipos de elementos sinterizados, obtenidos a partir de varios polvos base y sometidos a distintos procesos de fabricación, las conclusiones obtenidas son numerosas y pueden agruparse atendiendo a diversos aspectos.

El primero de ellos, que da título a esta tesis, se refiere a la **aplicabilidad del ensayo miniatura de punzonado o SPT en la caracterización mecánica de productos sinterizados**:

1. Se ha demostrado la aplicabilidad de este ensayo en la caracterización mecánica de todos los productos analizados, siendo especialmente interesante la capacidad de este ensayo para evaluar el comportamiento de zonas concretas de las piezas, como es el caso del cubo, radio y dentado de los cubos sincronizadores.
2. Se han evaluado las posibles relaciones entre los parámetros del ensayo SP y los parámetros característicos a tracción, proponiéndose relaciones que permiten obtener, de forma muy rápida y sencilla propiedades tan importantes como el límite elástico, la resistencia a la tracción o el alargamiento del material analizado.
3. El parámetro SPT que mejor estima el límite elástico de estos materiales es el P_{y_t10}/t^2 habiéndose obtenido una correlación entre ambos parámetros semejante a la obtenida por otros autores para distintos tipos de materiales metálicos:

$$\sigma_y = 0.345 P_{y_t10}/t^2$$

4. El parámetro que mejor estima la resistencia mecánica a tracción es P_{max}/t^2 habiéndose obtenido una correlación entre ambos parámetros prácticamente idéntica a la anterior:

$$\sigma_u = 0.345 P_{max}/t^2$$

5. El alargamiento a tracción también puede ser estimado con bastante aproximación a través del parámetro d_{max}/t .
6. Las curvas SPT y sus parámetros, son muy sensibles a cualquier cambio microestructural o de porosidad que muestren estos materiales, por lo que pueden resultar muy útiles en la identificación de variaciones de comportamiento derivados



de cambios en el proceso de fabricación y por tanto, en el control de calidad de las piezas fabricadas por sinterizado.

En cuanto a aspectos relacionados con los **materiales analizados**:

7. Las piezas fabricadas utilizando como polvo de partida el AE presentan, en general un mejor comportamiento mecánico (mayor resistencia y ductilidad) que los otros dos, siendo además los que presentan un comportamiento más isótropo.
8. Los materiales obtenidos a partir de polvo HP también presenta un buen comportamiento mecánico, con una resistencia semejante al anterior pero una menor ductilidad. No obstante el análisis de este material se vio comprometido por un proceso de descarburación sufrido durante el sinterizado.
9. Las piezas de material CrM, más simples de fabricar y más baratas, aunque con una resistencia semejante muestran una ductilidad mucho menor que el resto.
10. La respuesta mecánica de los materiales estudiados es muy sensible a cualquier variable involucrada en el proceso, desde el prensado hasta el sinterizado y revenido.
11. La geometría de la pieza sinterizada afecta de manera notable a sus propiedades mecánicas, por lo que el análisis y control de estas propiedades debe realizarse sobre piezas de la misma geometría que la analizada.
12. El efecto de la porosidad sobre las propiedades mecánicas de estos materiales es muy sensible al tipo de probeta utilizada, decreciendo su efecto conforme aumenta e tamaño de la probeta.
13. En todos los casos analizados, las propiedades mecánicas decrecen conforme aumenta la porosidad del material, pero esta relación varía en función del polvo de partida.

Por último, existen muy pocos estudios acerca de la **influencia del tratamiento de revenido** utilizado en PMG-As (temperaturas no muy elevadas y tiempos cortos), por tanto, este trabajo, ha proporcionado las siguientes conclusiones:

14. El tratamiento térmico de revenido, mejora, en todos los casos, el comportamiento mecánico de todos los materiales analizados, aunque su influencia varía con el tipo de polvo base utilizado en la fabricación de los materiales.
15. Los materiales fabricados a partir de polvo tipo HP muestran una mayor sensibilidad al tratamiento de revenido utilizado que el resto.

16. Este tratamiento mejora, sobre todo, la ductilidad de los materiales incrementando con ello la resistencia a tracción. El límite elástico, sin embargo, no parece verse afectado.
17. Comparando productos con diferentes densidades, la influencia del revenido en las diferentes propiedades mecánicas será mayor, cuanto menor sea la densidad



8. BIBLIOGRAFÍA



CAPÍTULO 8 BIBLIOGRAFÍA

- [1] Capus J.M., *A global survey of production applications and markets 1196-2005.*: Elsevier Science Ltd, 2000.
- [2] Sundin S., Björefors F., Nyholm L., Edström K., Fredriksson W. Petrini D., *A comparison of corrosion properties of powder metallurgical stainless steels and conventionally cast stainless steels.* Sweden, 2011.
- [3] J. Viña, *Ciencia de los materiales.* Universidad de Oviedo, 2000.
- [4] Koss D.A., Mueller T.J., Gething B.A. Heaney F., *The effect of Ni on the mechanical behaviour of Mo PM Steels.*: Material Science and Engineering, N° 390, p 19-26, 2005.
- [5] http://europa.eu.int/comm/enterprise/reach/consultation_eu.htm.
- [6] Directiva de la comunidad económica europea 67/548/EEC, "(Classification, labelling and packaging of dangerous substances)".
- [7] Directiva de la comunidad económica europea 88/379/EEC, "(Classification and labelling of dangerous preparations)".
- [8] Larsson M., "Mechanical properties and dimensional stability obtained with different alloying techniques," Japan, EuroPM2000.
- [9] Dept. TPM, *Matriz coste-pérdidas PMG-As.*
- [10] C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez T.E. García, *[Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test.*: Journal of Alloys and Compounds 582 (2014) 708–717.
- [11] RAE, "Definición de sinterizar".
- [12] Robertson J.M. Carpenter H.C.H., *The metallography of some ancient Egyptian Implements.*: J. Iron and Steel Inst. Vol 121, 1930.
- [13] *ASM Handbook.*: Vol. 7.
- [14] Jimeno E., Molera P. Moral F.R., "Metalurgia general," *Editorial Reverté, S.A.*, vol. Tomo II, p 978.



- [15] Höganäs, *Höganäs PM School, Capítulo 2, p 81, Höganäs AB.*
- [16] J. Tengzelius, "Challenges for the Iron Powder Industry in the next millennium," Höganäs AB,.
- [17] Ramakrishnan P., "History of Powder Metallurgy," vol. 18, no. p: 109-114, 1980.
- [18] P. Lindskog, "The Future of Ferrous PM in Europe," vol. 47, 2004.
- [19] Capus J.M., *Conference Report EuroPM2007 congress and exhibition.: Powder Metallurgy, 2007.*
- [20] Brecher J., Corgels C., Röthlinshöfer C., Flodin T. Henser A., *Design Aspects of Powder Metal Gears.* Munich, Alemania, 2010.
- [21] *presentación hoeganaes.*
- [22] P. Johansson, S. Bengtsson, S. Dizdar, L. Molin U. Engström, "Opportunities for High Performance PM Gears in Automotive Applications," Höganäs Sweden,.
- [23] J.M. CAPUS, "PM gears: RWTH Aachen points a way forward," *Metal Powder Report Sciencedirect*, 2008.
- [24] Tangzelius J., "PM Steel Components with the Strength of Wrought Steels," Höganäs, Sweeden,.
- [25] Arnold E., "Fundamentals Principles of Powder Metallurgy ," p. 3-8, 1960.
- [26] Höganäs AB, *Materials and properties Höganäs Handbook.*
- [27] H.G. Rutz F.G. Haneiko, *Properties of diffusion bonded alloys processed to high densities.* Seattle USA: PM2TEC, 14-17, 1995.
- [28] Khorsand H., Shahani A.R. Abdoos H., "Fatigue behavior of diffusion bonded powder metallurgy steel," *Materials and Design*, vol. 30, pp. 1026–1031, 2009.
- [29] Andersson O. Linqvist B., *Benefits of heterogeneous structures for the fatigue behaviour of PM Steels.:* Metal Powder Report, 45, nº 11, p 765-768, 1990.
- [30] N.Chawla, K.K. Chawla F. Murphy, *Axial fatigue behaviour of binder-treated versus diffusion alloyed powder metallurgy Steels.:* vol 308, p 180-188, 2001.



- [31] Narasimhan K.S., *Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy*. 2001: Materials Chemistry and Physics, vol 67, pp 56-65.
- [32] P. Beiss, C. Broeckmann, K. Lipp A. Zafari, *Assessing the fatigue strength of a sintered steel as affected by the highly stressed volume.*: EuroPM2011, Vol. 1, p 15-20, 2011.
- [33] B. Lindsley and F. Hanejko P. Sokolowski, "INTRODUCTION OF A NEW SINTER-HARDENING PM STEEL ," Hoeganaes Corporation , Cinnaminson, NJ 08077, USA ,.
- [34] C. Gierl H. Danninger, "New Alloying Systems for Ferrous Powder Metallurgy Precision ," Technische Universität Wien, Institut für Chemische Technologien und Analytik , Getreidemarkt 9/164, A-1060 Wien, Austria,.
- [35] <http://www.lme.com/>.
- [36] B. Lindqvist, J. Tengzelius Y. YU, "Höganäs Chair- an Industry/University Cooperation," vol. 47, no. 4, 2004.
- [37] Chagnon F. Trudel Y., "Effect of sintering parameters on mechanical properties of sinter hardened materials," Quebec Metal Powders Limited,.
- [38] S. St Laurent* and V. Paris* Y. Thomas, "Behaviour of Conventional and New PM Lubricants as a Function of Processing Parameters," in *Euro PM2011 – Powder Pressing: Lubricants & Powder Pressing*, Québec, Canada, 2011.
- [39] V. Paris, Y. Thomas S.St-Laurent, "Design of high efficiency lubricants for challenging PM Applications,".
- [40] O. Mars, "microstructural effects on dynamic behaviour high density sintered steels,".
- [41] E. Bruj, Gyg Thalmaier, V. Petrescu, N. Jumate, I. Vida-Simiti V. Moldavan, *Influence of Powder particle size on the sintering of sedimented gradual porous structures.*: EUROPM 2011.
- [42] Swedish standard, "SS En ISO 4490:2008 Metallic Powders Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (hall flowmeter) (ISO 4490:2008 ,".
- [43] *Production of sintered components.*: Höganäs Handbook for Sintered



Components, December 2013.

- [44] Swedish Standard, "SS EN-ISO 3923-1:2010 Metallic Powders Determination of apparent density. Part 1 Funnel method (ISO 3923-1:2008),".
- [45] Thomas Y., St-Laurent S. Paris V., *Design of high efficiency lubricants for challenging PM Applications.*: EuroPM 2011.
- [46] Mosca E., "Powder Metallurgy: Criteria for design and inspection," EDA p:17-18, 1984.
- [47] Cristofolini I., Pederzini G., Molinari A. Pilla M., "Influence of the Compaction Speed on the Dimensional and geometrical precision of Cr-Mo Steel Multilevel Parts," in *EuroPM2011*.
- [48] Wiedemann H., *Design & Engineering Presswerkzeug.*: Kundenseminar Pulvermetallurgie, June 2004.
- [49] *ASM Handbook.*: Vol. 7.
- [50] ARIFFIN D.T. TRAN A.K., LEWIS D.V., GETHIN R.W., "Compaction and ejection of green Powder compacts," in *Powder Metallurgy, Volumen 37, Issue 1*, 1994.
- [51] LEWIS R.W., RANSING R.S. GETHIN D.T., "Compaction of powder via a Deformable Discrete Element Approach," in *EuroPM1998*, Granada, España, 1998.
- [52] García P., *Tesis doctoral "Aceros sinterizados de altas prestaciones y baja aleación para la industrialización de los cubos sincronizadores"*. Leganés, Madrid, España: Universidad Carlos III, 2013.
- [53] M. Campos, J.M. Torralba P. García, *Dimensional consistency achieved in high-performance synchronizing hubs.*: Revista pulvimetalurgia, nº 49, p. 55-64, 2013.
- [54] García P., "ILA 1753 ·Influencia del proceso de presinterizado en el calibrado", " vol. Documento interno PMG-As.
- [55] E. Barrientos C. Álvarez, "Prueba 20 Influencia de las condiciones de sinterizado en las propiedades de las piezas," PMG-As, 2014.
- [56] R.M. German, "Sintering Theory and practice," 1996.



- [57] "EPMA Sintering Short Course," Viena, 2013.
- [58] A. Malakizadi, *Simulation of cooling behaviour and microstructure development of PM Steels*, 422010th ed. Gotheburg, Sweden: Department of Materials and Manufacturing Technology CHAMBERS UNIVERSITY OF TECHNOLOGY.
- [59] W. Schatt. K-P. Wieters., *Powder Metallurgy. Processing and materials.*, 1997.
- [60] P. Lindskog, *Dimensional Accuracy, Microstructure and Mechanical Properties of Parts*. Höganäs, Sweden.
- [61] M. Zanon, A. Karuppanagounder, F. Castro S. Saccarola, "Influence of Selected Alloying Elements on the Hardenability and fatigue strength of recently developed sinterhardening PM steels Powder Metallurgy and Particulate Materials," in *Advances in Powder metallurgy and Particulate Materials*, 2011.
- [62] Beiss P., Broeckmann C., Lipp K. Zafari A., "Assessing the Fatigue Strength of a Sintered Steel as Affected by,".
- [63] P. del Busto, A. Álvarez, C. Barzana M. Fernández, "ILA 2403 "Estudio de la nfluencia del tamaño de partícula en el proceso de sinterizado", " PMG-As, 2013.
- [64] "Sintering Atmospheres," , Viena, Austria, 2013, p. EPMA Sintering Course.
- [65] D. Barrow F. Chagnon, "Effect of tempering temperature on sintered properties of sinter hardened PM Steels," Quebec Metal Powders,.
- [66] M. Gagné F. Chagnon, "Effect of tempering temperature on mechanical properties and microstructure of sinter hardened materials," Quebec Metal powders,.
- [67] <http://www.hoerbiger.com/en-536/pages/319>.
- [68] "curso interno de fiat a pmg asturias,".
- [69] E. Brinksmeier, K.Weinert F. Klocke, *Capability Profile of hard Cutting and Grinding processes.*: CIRP Annals - Manufacturing Technology, 54, 2005.
- [70] H. Pamminger A. Mueller, "Method and apparatus for backing the incide teeth of a sliding sleeve produced by a way of powder metallurgy for a



- manual transmission," US 2011/02322092 A1, 2011.
- [71] R. HELLFRITZSCH, U. LAHL, M. NEUGEAEUER, "Advanced process limits by rolling of helical gears," vol. 1, no. p. 1183-1186, 2008.
- [72] Doc CENWS 21 N6, *A code practice for small punch testing at elevated temperature.*, 2005.
- [73] J. García, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana R. Lacalle, "Obtención mediante el ensayo small punch de las propiedades de tracción de materiales metálicos," vol. 2, no. 26, 2009.
- [74] C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón M.A. Contreras, "Uso del ensayo miniatura de punzonado en la evaluación de la transición dúctil-frágil de aceros estructurales," vol. Anales de mecánica de la fractura vol. 2, 2007.
- [75] C Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón E. Cárdenas, "Estudio de las propiedades mecánicas de aceros de doble fase mediante el ensayo miniatura de punzonado," vol. Anales de mecánica de la fractura, Volumen 1, nº 26, 2009.
- [76] V., Exworthy, L. F. and Flewitt, P. E. Vorliceck, "Evaluation of a miniaturized disc test for establishing the mechanical properties of low alloy ferritic steels. 2936 - 2943," *Journal of materials Science*, vol. Vol. 30, pp. págs. 30,293, 1995.
- [77] J. S. Ha Fleury E., "Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant. Int," *J. Press. Ves. P*, pp. págs. 699–706, 1998.
- [78] Lucas.G.E, "Recent progress in small specimen test technology," *J. Nucle. Mater*, pp. págs. 1600- 1608., 2002.
- [79] J. and Viswanatham, R. Foulds, "Determination of in-service steam turbine disks using small punch testing," *J.Mat. Eng. Perform*, pp. 614-619, 2001.
- [80] A.E. Brwning, S. Argin, O.K. Hzarling M.P. Manaham, "*Miniaturized disk bend test technique development and application*": ASTM 888, p. 17-94, 1983.
- [81] *Evaluation of fracture toughness by small punch testing techniques using sharp notched specimens.*: international journal of pressure vessels and piping, V80, p 221-228, 2003.
- [82] L. Bertini, F. Carsugi, W. Rosellini M. Beghini, "*Caratterizzazione meccanica di materiali metallici attraverso prove shear punch*": XXX



- Convegno Nazionale AIAS-Alghero (SS), V 1., pp. 12-15, 2001.
- [83] Mao X. Kameda J, "Small-punch and TEM disk testing techniques and their application to characterization of radiation damage. ," *J Mater Sci*, pp. ;27:983– 9., 1992.
- [84] Y., Spatig, P. and Victoria, M Ruan, "Assessment of mechanical properties of the martensitic steel EUROFER97 by means of punch tests," *J. Nucl. Mater*, pp. págs. 307, 236–239., 2002.
- [85] H. Takahashi. X. Mao, "Development of a furtherminiaturized specimen of 3 mm diameter for TEM disk small punch tests," 1987.
- [86] "CEN Workshop Agreement. Small Punch Test Method for Metallic Materials," 2006.
- [87] F.J. Belzunce C. Rodríguez, "Estudio de la idoneidad del ensayo miniatura de punzonado para la caracterización mecánica de los aceros y de sus uniones soldadas," pp. <http://www.aceroplatea.es/docs/documento129.pdf>.
- [88] J. Kameda, O. Buck J.-M. Baik, ""Small punch test evaluation of intergranular embrittlement of an alloy steel"," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. Vol. 17, pp. pp. 1443-1447, 1983.
- [89] M.A. Contreras, C.Rodriguez,F.J. Belzunce C. Betegón, "Use of small punch test to determine the ductile - brittle transition temperature of structural steels," *Fatigue fracture Engineering Materials Structure*, pp. págs. 727 - 737., 2008.
- [90] S. Karamchedu, "[Effect of diffusion bonded Cu and Ni on sinter hardening response of Mo prealloyed PM Steel," *Department of Materials and Manufacturing Technology, Chamlers*.
- [91] A. M. Bolarín, P. MÓlera, J.E. Mendoza and M. Ocampo F. Sánchez, "Relationship between particle size and manufacturing processing and sintered characteristics of iron powders," vol. 23, no. 1.
- [92] EN_ISO 2740, "Sintermetalle, ausgenommen Hartmeralle Zugprobestäbe (ISO 2740:1999).," 1999.
- [93] S. Berg, "Cutting data Recommendations for Turning of Various P/M Materials Using Different Tool Grade and Geometry Selections," , Granada, Spain, 1998.



- [94] S., Mårs, O. Berg, "Investigating the Relationship Between Machinability Additives and Machining Parameters," , New Orleans, USA, May 2001.
- [95] Höganäs AB, *Design and mechanical properties Höganäs Handbook for sintered components.*, 2013.
- [96] *Tecnica de prensado Dorst, El sistema de las prensas mecánicas automáticas tipo TPA, 1º PARTE.*
- [97] B. Lindqvist, "Influence of microstructure and porosity on fatigue properties of sintered steels," Höganäs AB, Sweden.,.
- [98] X. QU, J. WANG H.YIN, *Effect of powder particle size on green properties.*: Front. Mater. Sci. China , pp. 319–324, , 2009.
- [99] "ISO 9556 1989: Steel and iron -- Determination of total carbon content -- Infrared absorption method after combustion in an induction furnace,".
- [100] M. Kupkova, "Porosity dependence of material elastic moduli," *JOURNAL OF MATERIAL SCIENCE* 28, pp. 5265-5268, 1993.
- [101] Leonard E. Samuels, "Steels in the Annealed and Normalized Conditions," in *Light microscopie of carbon steels.*: ASM International, 1999, p. 161.
- [102] UNE-EN ISO 2738:2000, "Materiales metálicos sinterizados, excepto metal duro materiales metálicos permeables sinterizados. Determinación de la densidad, contenido de aceite y porosidad abierta. (ISO 2738:1999)," 2000.
- [103] UNE-EN ISO 6506-1:2000, "Materiales metálicos Ensayo de dureza Brinell (6506-1:1999),".
- [104] DIN EN 10002-1:2001, "Metallic materials- Tensile testing, Part 1: Method of test at ambient temperature. ,".
- [105] "Aramis User information," Braunschweig, Germany.,.
- [106] Contreras M.A., Betegón C., Rodríguez C., Belzunce F.J Autillo J., *Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento.*: Anales de Mecanica de Fractura, 2006.
- [107] D. B. Moulton, "WIRE EDM," EDM NETWORK, Sugar Grove, IL USA.,.
- [108] N. Hirose, S. Tanaka, J. Asami, T. Kohno, "Nondestructive evaluation of sintered iron using Bynamic Young's Modulus Testing," *JSME*



International Journal, vol. 44, no. 1, 2001.

- [109] B. García M. Fernández, "ILA 2467 "Influencia de la vida de la placa en el contenido de carbono y en la deformación de las piezas tras el sinterizado",".
- [110] R. Bidulský, J. Bidulská, I. Forno M.A. Grande, "Effect of processing conditions on the wear behaviour of prealloyed sinteres steels (Fe8Cr-Mo) with addition of Cu and C powder," *Metallurgy Progress*, pp. 51-61, Nov. 2011.
- [111] "Advanced performance alloys processed by high temperature sintering technique advances in POWder Metallurgy & particulate materials," *MIPF*, pp. 217-129, 1994.
- [112] Piedad García, "Aceros sinterizados de altas prestaciones y baja aleación para la industrialización de cubos sincronizadores," Leganés, 2013.
- [113] K Shmida, "Low Alloy Car parts High temperatura Sintered," 1992.
- [114] Höganäs AB, *Product Data Höganäs*.
- [115] P. García, "ILA 2423 Comparación de resultados piezas fabricadas con CrA, HP y CrM en atmósfera N₂/H₂," 2013.
- [116] V. Santoyanova, "Mechanical Properties of High Density low alloyed PM Steels: Effect of Sintering and secondary Heat Treatments. Tesis doctoral, Università degli Studi di Trento," 1995.
- [117] A. Graham, "The effect of Ni content, sintering temperatura and density on the properties of warm compacted 0,85 w/o Mo Prealloy Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials. ," Princeton, NJ, Orlando, 2002.
- [118] Campos M., J.M. Torralba, Klint D. Blanco L., "Quantitative Evaluation of porosity effects in sintered and heat treated high performance steels ," 2005.
- [119] Höganäs AB, *Handbook*.
- [120] M. Campos, *Nuevos aceros sinterizados de baja aleación al Cr,Mo: Sinterabilidad, comportamiento mecánico y tribológico, tratamientos térmicos y termoquímicos*. Leganés, Madrid: Tesis doctoral, 2002.
- [121] Deng X. Chawla N., "Microstructure and mechanical behaviour of porous



- sintered steels," 98-112, 2005.
- [122] Signorini T., Molinari M., Straffelini G. Puscas M., "Image Analysis Investigation of the effect of the process variables on the porosity of sintered chromium steels ," 1-10, January 2003.
- [123] G. Fillari, T. Murphy B. Lindsley, "Effect of composition and cooling Rate n physical properties and microestructure of prealloyed P/M steels".
- [124] H. Ericsson, *Masters Thesis Influence of notches on fatigue behaviour of PM Steels.*: Lulea university of technology.
- [125] German R.M. Zhang H., "Homogeneity and properties of injection moulded Fe-Ni Alloys," 18-22, 2001.
- [126] Tekeli S., Gürü M. Güral A., "Effect of different Heat treatments on Microestructure of NI Added Steels produced by P/M Method," Praga, República Checa , 2005.
- [127] J. Pernilla, *ILA 1744 Análisis de las microestructuras decarburadas.*, 2012.
- [128] F. Velasco J.M. Torralba, "Powder metallurgy world congress education programme," Granada, Spain, 1998.
- [129] K. Gao, F. Luo, H. Yang, L. Qiao, Y. Wang, A.A. Volinsky X. Pang, "Annealing effects on microestructure and mechanical properties of chromium oxide coatings," 2008.
- [130] Höganäs AB, *Mapa de microestructuras.*
- [131] D. E. Cadenas Paredes, *[Tesis doctoral "Caracterización del comportamiento a fractura de un acero para gasoductos mediante el ensayo miniatura de punzonado.*: Universidad de Oviedo, 2010.
- [132] Lacalle R., "Tesis Doctoral, "Determinación de las propiedades de tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos Small Punch", " 2012.
- [133] p. Cizek, L. Kander K. Matocha, *The evaluation of actual mechanical properties of materials by small punch test.* Ostrava, Czech Rep.: Material & Metallurgical research,.
- [134] K. Wieters W. Schatt, *Powder metallurgy Processing and materials*, , EPMA, Ed.: Technical University Dresden, Germany.
- [135] M. Gagné F. Chagnon, *Effect of tempering temperature on mechanical properties and microstructure of sinter hardened materials.*: Quebec Metal



Powders Limited and Rio tinto & Titanium Inc.-Technology.